

Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava
Fakulta elektrotechniky a informatiky
Katedra telekomunikační techniky

Měření optických a elektrických vlastností nanokompozitů

**Measurement of Optical and Electrical Properties of
Nanocomposites**

2019

Martin Tomáško

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Fakulta elektrotechniky a informatiky
Katedra telekomunikační techniky

Zadání bakalářské práce

Student: **Martin Tomáško**
Studijní program: B2647 Informační a komunikační technologie
Studijní obor: 2601R013 Telekomunikační technika
Téma: **Měření optických a elektrických vlastností nanokompozitů**
Measurement of Optical and Electrical Properties of Nanocomposites

Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

Tato práce je interdisciplinárního charakteru a její zadání je dáno dlouhodobou spoluprací Katedry telekomunikační techniky s Centrem nanotechnologií. Práce navazuje na již předešlé práce Ing. Dopity či Ing. Čambory s dalším rozšířením měření vzorků PANI/MMT. Cílem práce je měření vlastností nanokompozitů (PANI/MMT) v podobě spektrální charakteristiky, polarizačních vlastností, vodivosti, propustností. Práce je převážně experimentálního charakteru v podobě velkého množství měření.

1. Nastudujte problematiku spojenou s nanokompozity (PANI/MMT).
2. Analyzujte optické a elektrické vlastnosti nanokompozitů (PANI/MMT) během dlouhodobého měření.
3. Zpracujte a vyhodnoťte naměřené výsledky z měření PANI/MMT.

Seznam doporučené odborné literatury:

- [1] DOPITA, Václav. Měření vlastností nanokompozitů. Ostrava, 2018. Diplomová práce. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Látal, Jan.
- [2] PANDE, Sridhar, Swaruparani H, Mahesh D. BEDRE, Ravishankar BHAT, Raghunadan DESHPANDE a A. VENKATARAMAN. Synthesis, Characterization and Studies of PANI-MMT Nanocomposites. Nanoscience and Nanotechnology. 2012, 2(4), 90-98. DOI: 10.5923/j.nn.20120204.01. ISSN 2163-257X.
- [3] GHOLAMI, Hamid, Alireza SHAKERI a Vahid SAADATTALAB. Investigation of physical and mechanical properties of polyaniline/MMT nanocomposites. Current Chemistry Letters. 2017, 151-158. DOI: 10.5267/j.ccl.2017.6.004. ISSN 19277296.
- [4] SHAKOOR, Abdul, Tasneem Zahra RIZVI a Ahmad NAWAZ. Raman spectroscopy and AC conductivity of polyaniline montmorillonite (PANI-MMT) nanocomposites. Journal of Materials Science: Materials in Electronics. 2011, 22(8), 1076-1080. DOI: 10.1007/s10854-010-0262-0. ISSN 0957-4522.
- [5] ČAMBORA, Štefan. Měření parametrů odrazivosti luminoforů. Ostrava, 2013. Bakalářská práce. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Svatoška, Josef.
- [6] KULHÁNKOVÁ, Lenka, Jonáš TOKARSKÝ, Vlastimil MATĚJKA, Pavlína PEIKERTOVÁ, Silvie VALLOVÁ, Kateřina MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ, Vítězslav STÝSKALA a Pavla ČAPKOVÁ. Electrically conductive and optically transparent polyaniline/montmorillonite nanocomposite thin films. Thin Solid Films. 2014, 562, s. 319-325. DOI: 10.1016/j.tsf.2014.05.006. ISSN 0040-6090.

[7]TOKARSKY, Jonas, Kateřina MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ, Lucie NEUWIERTHOVÁ, Lenka KULHÁNKOVÁ, Vlastimil MATĚJKA, Vítězslav STÝSKALA a Pavla ČAPKOVÁ. Texture and electrical conductivity of pellets pressed from PANI and PANI/montmorillonite intercalate. Acta Geodynamica et Geomaterialia. s. 371-377. DOI: 10.13168/AGG.2013.0036. ISSN 1214-9705.

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Jan Látal, Ph.D.**

Datum zadání: 01.09.2018

Datum odevzdání: 30.04.2019



prof. Ing. Miroslav Vozňák, Ph.D.
vedoucí katedry





prof. Ing. Pavel Brandštetter, CSc.
děkan fakulty

Prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou/diplomovou práci vypracoval samostatně. Uvedl jsem všechny literární prameny a publikace, ze kterých jsem čerpal.

V Ostravě dne: 30. dubna 2019

Tomáško
.....
podpis studenta

Poděkování

Rád bych prvně poděkoval Ing. Janu Látalovi Ph.D. za odbornou pomoc a konzultaci při tvorbě této bakalářské práce. Dále bych rád poděkoval Radimovi Víchovi za pomoc při měření a Ing. Danielu Paličkovi za konzultaci.

Bakalářská práce byla vypracována v rámci projektu: „BroadbandLIGHT – ověřování možností využití technologií instalovaných na SMART polygonu veřejného osvětlení & Nové vláknově optické technologie pro komunikace a senzory“, reg. č.: SP2019/143 a SP2019/80 Specifického výzkumu financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

Abstrakt

Tato bakalářská práce se zabývá měřením optických a elektrických vlastností nanokompozitu polyanilin/montmorillonit (PANI/MMT)

Vzorky s nanoseným PANI/MMT nanokompozitem byly dodány z Centra nanotechnologií a katedry chemie při VŠB-TU Ostrava. Na vzorcích PANI/MMT se měřil elektrický odpor, optická propustnost záření a optická výkonová odrazivost světelného záření. Všechna měření se začala provádět s co nejkratší prodlevou od jejich přípravy, aby se zjistily jejich počáteční parametry a doba, kdy dojde k jejich stabilizaci či změnám vlastností. Část vzorků byla vystavena teplotní zátěži a další část vzorků byla vystavena opačnému chování zátěže (chlazení). Měření se prováděla na automatizovaných experimentálních pracovištích složených z komponentů od firmy Thorlabs a řízené programem vytvořeném v softwarovém prostředí LabVIEW.

Klíčová slova

Polymery; vodivé polymery; nanokompozity; polyanilin; PANI; montmorillonit; MMT; polyanilin/montmorillonit; PANI/MMT; elektrický odpor; optická propustnost; optický odražený výkon; Thorlabs; LabVIEW; Peltierův článek

Abstract

This bachelor thesis deals with measuring of optical and electrical properties of a polyaniline/montmorillonite (PANI/MMT) nanocomposite.

Samples with PANI/MMT nanocomposite have been delivered from Nanotechnology Centre of VŠB-TU Ostrava. Samples PANI/MMT have been used for measuring electrical resistance, optical permeability and optical power reflectivity. All measurements have been started with the shortest delay from their preparation to determine their initial parameters and time, before they stabilized or changed properties. Some of the samples have been subjected to heating and another group of the samples have been subjected to cooling. Measurements have been performed at automated experimental workstations based on components from Thorlabs company and driven by a program created in software environment LabVIEW.

Key words

Polymers; conductive polymers; nanocomposites; polyaniline; PANI; montmorillonite; MMT; polyaniline/montmorillonite; PANI/MMT; electrical resistance; transmittance; optical reflected power; Thorlabs; LabVIEW; Peltier element

Seznam použitých symbolů

Symbol	Jednotky	Význam symbolu
G	S	Vodivost
R	Ω	Odpor
U	V	Napětí
I	A	Proud
T	%	Transmitance v %
P	W	Výkon
M	mol/dm ³	Molární koncentrace
M_m	kg/mol	Molární hmotnost

Seznam použitých zkratek

Zkratka	Význam
PANI	Polyanilin
MMT	Montmorillonit
PANI/MMT	Polyanilin/montmorillonit
SiO₄	Oxid křemičitý
USB	Univerzální sériová sběrnice

Seznam použitých obrázků

Obrázek 1.1: Tvar makromolekul polymerů [2].....	17
Obrázek 1.2: Schématické znázornění nadmolekulární struktury. a) amorfní, b) seikrystalické[2].....	18
Obrázek 1.3: Přednosti a nedostatky polymerních materiálů [2].....	19
Obrázek 1.4: Ideální tetraedrická síť [22].....	21
Obrázek 1.5: Ideální oktaedrická síť [22].....	22
Obrázek 1.6: Struktura ideálního MMT [22].....	22
Obrázek 1.7: Struktura MMT Portaclay [22].....	22
Obrázek 1.8: Proces interkalace [22].....	23
Obrázek 1.9: Příprava nanokompozitu PANI/MMT [22].....	24
Obrázek 1.10: Schématické znázornění Peltierova článku [21].....	28
Obrázek 1.11: Peltierův článek [21].....	28
Obrázek 2.1: 1. skupina vzorků určená pro měření stárnutí v čase.....	30
Obrázek 2.2: 2. skupina vzorků určená pro měření při zahřívání.....	30
Obrázek 2.3: 3. skupina vzorků určená pro měření při chlazení.....	31
Obrázek 2.4: Zařízení pro simulaci tepelné zátěže.....	32
Obrázek 2.5: Měřicí sonda [23].....	33
Obrázek 2.6: Poškozený vzorek PANI/MMT 10.....	34
Obrázek 2.7: Zvolený způsob měření elektrického odporu.....	35
Obrázek 2.8: Měřené kombinace pro zvolený způsob měření.....	35
Obrázek 2.9: Graf měření odporu vzorku v závislosti na čase.....	36
Obrázek 2.10: Graf měření odporu vzorku při laboratorní teplotě (25 °C).....	37
Obrázek 2.11: Graf měření odporu vzorku při zahřívání (55 °C).....	38
Obrázek 2.12: Graf měření odporu vzorku při chlazení (10 °C).....	39
Obrázek 2.13: Graf měření odporu vzorku při chlazení (0 °C).....	40
Obrázek 2.14: Graf měření odporu vzorku při chlazení (-5 °C).....	40
Obrázek 2.15: Schéma zapojení pro měření propustnosti [17].....	42
Obrázek 2.16: Znázornění pohybu při měření propustnosti.....	42
Obrázek 2.17: Pracoviště pro měření propustnosti.....	43
Obrázek 2.18: Spektrální charakteristika propustnost vzorku PANI/MMT 1.....	44
Obrázek 2.19: Matematický model propustnosti v čase.....	46

<i>Obrázek 2.20: Matematický model propustnosti při zahřívání.....</i>	<i>47</i>
<i>Obrázek 2.21: Matematický model propustnosti při chlazení.....</i>	<i>48</i>
<i>Obrázek 2.22: Schéma zapojení pro měření odrazivosti [24].....</i>	<i>50</i>
<i>Obrázek 2.23: Znáznornění pohybu při měření odrazivosti.....</i>	<i>50</i>
<i>Obrázek 2.24: Pracoviště pro měření odrazivosti.....</i>	<i>51</i>
<i>Obrázek 2.25: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 1 měřený 5.2.2019.....</i>	<i>53</i>
<i>Obrázek 2.26: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 1 měřený 3.4.2019.....</i>	<i>53</i>
<i>Obrázek 2.27: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 11 měřený 6.2.2019.....</i>	<i>54</i>
<i>Obrázek 2.28: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 11 měřený 3.4.2019.....</i>	<i>55</i>
<i>Obrázek 2.29: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 21 měřený 7.2.2019.....</i>	<i>56</i>
<i>Obrázek 2.30: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 21 měřený 3.4.2019.....</i>	<i>56</i>
<i>Obrázek A: APT Config nastavení motorků pro měření propustnosti.....</i>	<i>61</i>
<i>Obrázek B: APT Config nastavení motorků pro měření odraženého výkonu.....</i>	<i>61</i>
<i>Obrázek C: Transmittanční spektrum širokospektrálního zdroje bílého světla bez vzorku.....</i>	<i>62</i>
<i>Obrázek D: Měřicí přístroj pro měření odraženého výkonu.....</i>	<i>62</i>
<i>Obrázek E: Měřicí přístroj pro měření propustnosti.....</i>	<i>63</i>
<i>Obrázek F: Širokospektrální zdroj bílého světla.....</i>	<i>63</i>
<i>Obrázek G: Zapojení zdrojů.....</i>	<i>64</i>

Seznam použitých tabulek

<i>Tabulka 1.1: Vlastnosti polymerů podle jejich tvaru makromolekul [2].</i>	<i>17</i>
<i>Tabulka 2.1: Tabulka polynomické regresní rovnice pro graf 2.9.</i>	<i>36</i>
<i>Tabulka 2.2: Tabulka polynomické regresní rovnice pro graf 2.10.</i>	<i>37</i>
<i>Tabulka 2.3: Tabulka polynomické regresní rovnice pro graf 2.11.</i>	<i>38</i>
<i>Tabulka 2.4: Tabulka polynomické regresní rovnice pro graf 2.12.</i>	<i>39</i>
<i>Tabulka 2.5: Tabulka polynomické regresní rovnice pro graf 2.13.</i>	<i>40</i>
<i>Tabulka 2.6: Tabulka polynomické regresní rovnice pro graf 2.14.</i>	<i>41</i>
<i>Tabulka 2.7: Tabulka polynomické regresní rovnice pro grafy 2.25 a 2.26.</i>	<i>54</i>
<i>Tabulka 2.8: Tabulka polynomické regresní rovnice pro grafy 2.27 a 2.28.</i>	<i>55</i>
<i>Tabulka 2.9: Tabulka polynomické regresní rovnice pro grafy 2.29 a 2.30.</i>	<i>57</i>

Obsah

Úvod	15
1. Úvod do problematiky polymerů.....	16
1.1 Polymery	16
1.1.1 Výroba polymerů	16
1.1.2 Vlastnosti polymerů.....	16
1.1.3 Vodivé polymery a kompozity	18
1.1.4 Využití polymerů	19
1.2 Polyanilin	20
1.2.1 Vlastnosti	20
1.2.2 Příprava.....	20
1.2.3 Využití.....	20
1.3 Montmorillonit.....	21
1.3.1 Vznik montmorillonitu	21
1.3.2 Struktura montmorillonitu	21
1.3.3 Vlastnosti montmorillonitu	22
1.3.4 Využití montmorillonitu	23
1.4 Polyanilin/Montmorillonit nanokompozit	24
1.4.1 Nanokompozit	24
1.4.2 Příprava PANI/MMT nanokompozitu	24
1.5 Měřené veličiny	25
1.5.1 Elektrický odpor	25
1.5.2 Optická propustnost.....	25
1.5.3 Odražený výkon.....	25
1.6 Thorlabs	26
1.7 LabVIEW	27
1.8 Peltierův článek.....	28
2. Praktická část.....	30
2.1 Měřicí zařízení pro simulaci tepelné zátěže.....	32
2.2 Výsledky měření.....	33
2.2.1 Měření elektrického odporu PANI/MMT nanokompozitu	33

2.2.1.1 Výsledky měření odporu vzorků stárnoucích v čase	36
2.2.1.2 Výsledky měření odporu vzorků při zahřívání	37
2.2.1.3 Výsledky měření odporu vzorků při chlazení.....	39
2.2.1.4 Závěr měření.....	41
2.2.2 Měření propustnosti PANI/MMT nanokompozitu	42
2.2.2.1 Výsledky měření propustnosti v čase	46
2.2.2.2 Výsledky měření propustnosti při zahřívání.....	47
2.2.2.3 Výsledky měření propustnosti při chlazení	48
2.2.2.4 Závěr měření.....	49
2.2.3 Měření odraženého výkonu od PANI/MMT nanokompozitu.....	50
2.2.3.1 Výsledky měření odraženého výkonu vzorku z 1. skupiny.....	53
2.2.3.2 Výsledky měření odraženého výkonu vzorku z 2. skupiny.....	54
2.2.3.3 Výsledky měření odraženého výkonu vzorku z 3. skupiny.....	56
2.2.3.4 Závěr měření.....	57
Závěr	58
Použitá literatura.....	59
Přílohy	61

Úvod

Úvod

V dnešní době se můžeme s polymery setkávat každý den. Výzkum polymerů se zabývá novými možnostmi jejich využití pro různé typy technologií či aplikací. Z velké části se zkoumají speciální typy vodivých polymerů a kompozitních materiálů. Mezi kompozitní materiály patří nanokompozit polyanilin/montmorillonit (PANI/MMT).

V této bakalářské práci jsou zkoumané optické a elektrické vlastnosti nanokompozitu PANI/MMT. Vzorky s nanoseným nanokompozitem PANI/MMT byly dodány z Centra nanotechnologií a katedry chemie při VŠB – TU Ostrava.

Měření vybraných vzorků nanosených na laboratorních sklíčkách probíhalo, s co nejkratší časovou prodlevou po jejich přípravě, aby se zjistilo, jak se u vzorků mění jejich fyzikální vlastnosti při stárnutí v časové linii. Některé z vybraných vzorků byly při měření vystaveny změně teploty a to do kladných či záporných hodnot.

V teoretické části bakalářské práce čtenář získá potřebné teoretické podklady, které mu pomohou pochopit důležitost výzkumu těchto nanokompozitů PANI/MMT a zároveň jeho vlastnosti. V rámci navazujících kapitol se popisují polymery, polyanilin, montmorillonit a nanokompozit PANI/MMT. Dále jsou v teoretické části popsány měřené fyzikální veličiny, vývojové prostředí LabVIEW a nakonec Peltierův článek, který byl použit v zařízení pro simulaci teplotní zátěže.

V praktické části jsou přehledně zpracovány výsledky měření odporu, propustnosti a odraženého optického výkonu v závislosti na úhlu natočení polarizátoru. U každého měření je popsán způsob, kterým se měřilo a statisticky zpracovaná naměřená data s grafy.

Závěr práce obsahuje shrnutí a závěry z naměřených výsledků.

1. Úvod do problematiky polymerů

1.1 Polymery

Z chemického hlediska jsou polymery hlavně organické látky. Tyto látky mají přírodní původ (např. kaučuk, celulóza, želatina nebo pryskyřice) nebo syntetický původ (běžně organický charakter, ale mohou mít i anorganický charakter - silikony). Velkou odlišností polymerů je velikost jejich molekul. Vytváří tzv. makromolekuly, u kterých se mnohokrát opakuje jejich základní konstituční jednotka „mer“ (mer = díl) a jejichž struktura se podobá řetězu. První část slova polymer tvoří předpona „poly“, která z řečtiny znamená mnoho nebo více. Z toho plyne, že polymer je látka složená z více merů. Délku makromolekul můžeme určit podle její molární hmotnosti, která nám udává hmotnost 1 molu (jednotka látkového množství) dané látky. [1] [2]

1.1.1 Výroba polymerů

Aby mohlo dojít ke vzniku polymeru, musí být splněny určité fyzikální a chemické podmínky. Jednou z nich je přítomnost monomerů (převážně organické sloučeniny používané při výrobě polymerů) v reakci. Další podmínkou k vytvoření makromolekuly je, že musí mít výchozí monomer reaktivní skupiny a musí mít schopnost vytvářet se sousedními skupinami chemické vazby. K přípravě polymerů se tedy používá „řetězení“ monomerů, které můžeme provést třemi postupy, tzv. polyreakcemi: polymerací, polykondenzací a polyadicí. Tyto reakce se mnohokrát opakují, až do doby, než přejde nízkomolekulární organická sloučenina monomer ve vysokomolekulární látku polymer. [2]

Polymerace je reakce, při které spolu přímo reagují malé molekuly monomeru. Tyto molekuly rozevrou své dvojnásobné vazby, čímž se stanou z monomerů tzv. monomerní jednotky, které se pak navzájem spojí do velké řetězovité molekuly polymeru. Na této reakci se podílí celá molekula monomerů a nevzniká vedlejší produkt. Polymery vzniklé touto reakcí většinou vznikají přidáním předpony poly (např. ethylen → polyethylen). [2]

Polykondenzace je stupňovitá reakce, kde se molekuly také spojují do řetězce, ale při připojení další monomerní jednotky vznikne vedlejší produkt. Výsledný polymer se liší ve svém složení od výchozích sloučenin. Polymery vzniklé touto reakcí mají obvykle jména podle typických chemických skupin (např. polyamidy, polyester). [2]

Polyadice je stupňovitá reakce dvou odlišných druhů monomerů, které mají ve své molekule reaktivní atomové skupiny. Nevzniká zde vedlejší produkt, ale dochází k přesunu vodíkového atomu z jedné reaktivní skupiny na jinou, čímž proběhne sloučení. Polyadicí vzniknou např. polyuretany nebo epoxidové pryskyřice. [2]

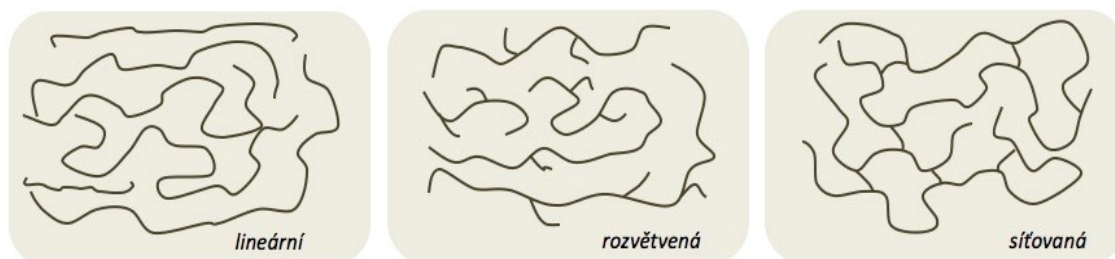
1.1.2 Vlastnosti polymerů

Vlastnosti polymerů závisí na mnoha faktorech jako např. chemická struktura, molekulová struktura (tvar a délka makromolekul) a nadmolekulární struktura (uspořádání makromolekul vůči sobě). Makromolekula je složena z velkého množství monomerních jednotek. Hlavní řetězec makromolekul tzv. páteř řetězce je tvořena převážně atomy uhlíku. Na tyto páteřní atomy se váží ostatní atomy. Tato

Polymery

chemická struktura makromolekul určuje základní vlastnosti polymerů: mechanické, tepelné, chemické, elektrické ale i hořlavost nebo míru navlhavosti. [2]

Tvar makromolekul (molekulová struktura)



Obrázek 1.1: Tvar makromolekul polymerů [2]

Makromolekuly se podle tvaru rozdělují do tří skupin: lineární, rozvětvené a sesíťované, které jsou vidět na obrázku 1.1.

Lineární makromolekuly se vytváří spojováním monomerních jednotek s dvěma funkčními skupinami.

Rozvětvené makromolekuly mají na základním řetězci vázány krátké boční substituenty (atom nebo skupina atomů, která nahrazuje atom vodíku na původním řetězci uhlovodíku), které zhoršují jejich pohyblivost. Rozvětvení makromolekul má za následek jejich vzájemné oddálení, které je příčinou poklesu sil mezi makromolekulami a tím i zhoršení mechanické pevnosti, tvrdosti, modulu pružnosti a dalších užitečných vlastností polymeru.

Sesíťované makromolekuly vznikají z lineárních makromolekul spojením sousedních řetězců na různých místech příčnými chemickými vazbami. Zesíťováním se omezí pohyblivost makromolekul jako celku. Takovéto polymery ztrácí rozpustnost, tavitelnost, zhoršuje se jejich houževnatost, a naopak se zvyšuje tvrdost, modul pružnosti a teplotní odolnost. [2] [3]

Lineární	Rozvětvené	Sesíťované
vyšší hustota materiálu	nižší hustota materiálu	Vlastnosti závisí na hustotě sítě. S vyšší hustotou sítě se materiál vyznačuje zpravidla:
vyšší pevnost	nižší pevnost	
vyšší modul pružnosti	nižší modul pružnosti	
nižší tažnost	vyšší tažnost	vysokou pevností
vyšší teplotní odolnost	nižší teplotní odolnost	vysokým modulem pružnosti
dobrá tekutost taveniny	nižší tekutost taveniny	vysokou teplotní odolnost
snadná krystalizace	nižší schopnost krystalizace	velmi nízkou tažností

Tabulka 1.1: Vlastnosti polymerů podle jejich tvaru makromolekul [2]

Velikost makromolekul (molekulová struktura)

Velikost makromolekul je jedním ze základních faktorů, které udávají fyzikálně mechanické vlastnosti polymeru. Velikost makromolekul vyjadřujeme pomocí molární hmotnosti a podle její hodnoty rozlišujeme látky na nízkomolekulární a makromolekulární. Makromolekulární látky mají molární hmotnost M_m vyšší než $10\,000\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. [2]

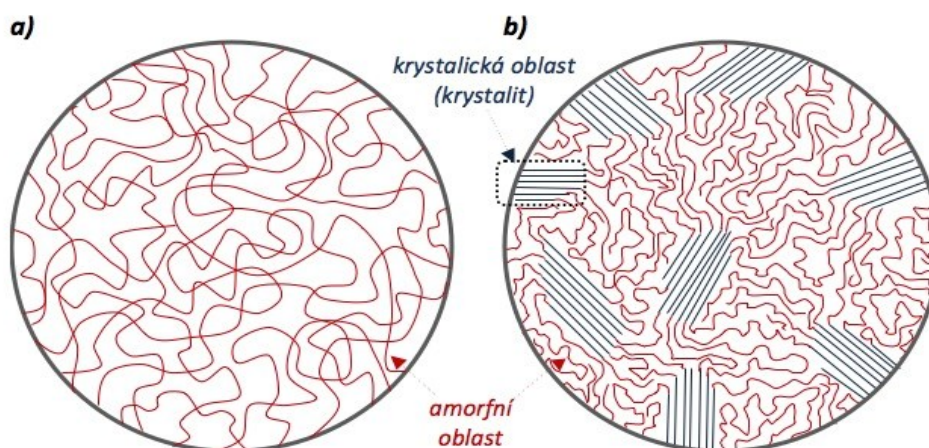
Polymery

Uspořádání makromolekul (nadmolekulární struktura)

Polymery mohou nabývat dvou stavů uspořádání makromolekul: amorfní a (semi)krystalické, jak je vidět na obrázku 1.2.

Pokud jsou makromolekuly ve tvaru navzájem náhodně propletených řetězců, pak toto uspořádání nazýváme amorfní (náhodné, nepravidelné).

Pokud makromolekuly tvoří uspořádané oblasti obklopené makromolekulami v náhodném amorfním uspořádání, pak se toto uspořádání nazývá semikrystalické (částečné). [2]



Obrázek 1.2: Schématické znázornění nadmolekulární struktury. a) amorfní, b) semikrystalická[2]

1.1.3 Vodivé polymery a kompozity

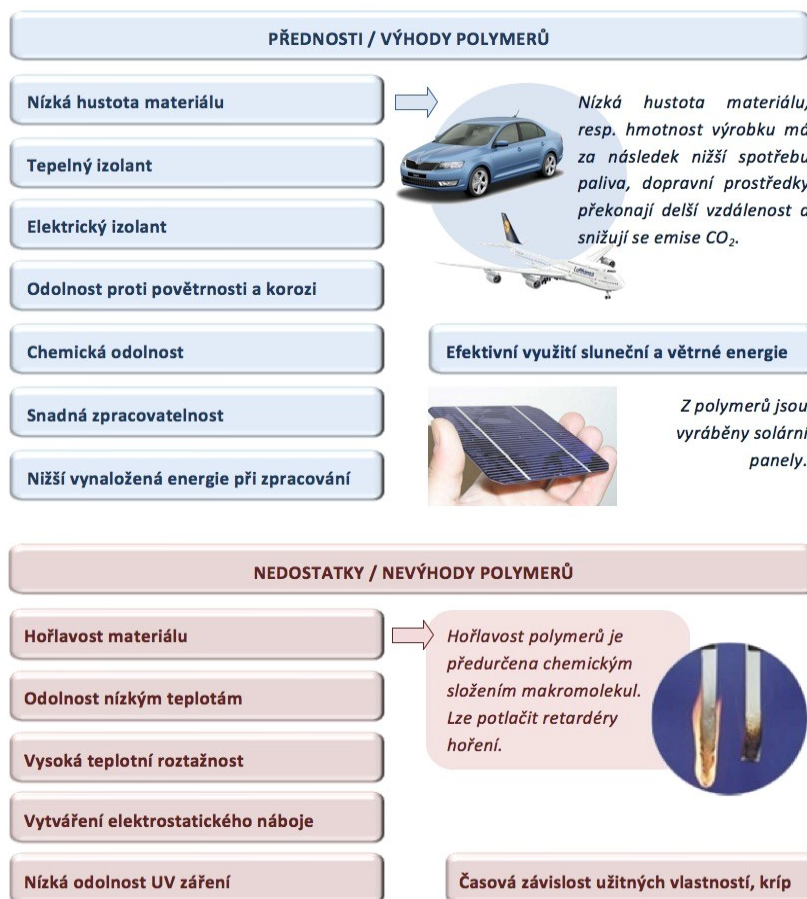
Vodivé polymery jsou látky vykazující vysokou vlastní elektrickou vodivost. Vodivost je způsobena pravidelným střídáním jednoduchých a dvojných vazeb v molekulární struktuře. Další podmínkou, aby měl polymer vysokou vlastní vodivost je přítomnost volných nosičů náboje. Tyto nosiče slouží pro přenos po konjugovaném řetězci. Ale vodivé polymery mají v porovnání s ostatními polymery těžkou zpracovatelnost. Nerozpouští je obvyklá rozpouštědla a nelze je převést do taveniny. Mezi vodivé polymery patří polyacetylen, polypyrrol, polyanilin a další. [4]

Kompozitní materiály jsou nestejnorodé materiály obsahující dvě nebo více fází, které mají mezi sebou rozlišitelné rozhraní. Různé fáze se liší ve svém chemickém složení a svými mechanickými a fyzikálními vlastnostmi. Spojitá fáze je matrice a druhou nespojitou fází tvoří částice plniva různého typu a tvaru, tato fáze se většinou nazývá zpevňovací. Správná kombinace matrice, typu a tvaru zpevňovací fáze a vhodná volba jejich vzájemného objemového poměru pak určuje výsledné vlastnosti daného kompozitu. Ke změně vlastností takového kompozitu stačí pouze změnit objemový poměr fází. [11]

Polymery

1.1.4 Využití polymerů

Většina polymerů se za běžných podmínek chová jako izolant, tj. není vodič elektrického proudu, ale slouží také jako tepelná izolace nebo vrstva tlumící zvuk. Vyznačují se dobrými mechanickými vlastnostmi a jednoduchým zpracováním. Jejich předností je také nízká hustota, a proto se stále více využívají v oborech, kde je žádoucí malá hmotnost materiálu jako např. letecká technika nebo výroba obalových materiálů. Další možnosti využití jsou na obrázku 1.3. [4]



Obrázek 1.3: Přednosti a nedostatky polymerních materiálů [2]

Polyanilin

1.2 Polyanilin

Polyanilin (PANI) patří do skupiny vodivých polymerů (polymer, který se chová jako vodič nebo polovodič elektrického proudu). Polyanilin je nejspíše nejstarším organickým polymerem, který člověk vytvořil. Tento zelený produkt, získaný oxidací anilinu, popsal již roku 1840 J. Fritsche, který se krátce po získání anilinu (jako rozkladného produktu indiga) snažil vytvořit nová syntetická barviva. [6] [7]

1.2.1 Vlastnosti

Elektrická vodivost polyanilinu se velmi blíží vodivosti běžných polovodičů. Polyanilin se může nacházet v řadě forem, které se liší stupněm oxidace nebo protonace. Když se odebírají nebo přidávají elektrony chemickou či elektrochemickou oxidací a redukcí, můžeme dostat formy s rozdílnou chemickou strukturou, stabilitou, zbarvením a elektrickými vlastnostmi. „Jedná se o pernigranilovanou bázi (plně oxidovaná forma), emeraldinovou bázi (semioxidovaná forma, z hlediska využití v elektrotechnice nejvýznamější) a leukoemeraldinovou bázi (plně redukováná forma)“. Nejdůležitější reakcí je protonace polyanilinu. Pokud „daruje proton“ správná anorganická či organická kyselina, vzroste vodivost polyanilinu v rozmezí osmi až deseti řádů. Vyšších vodivostí lze dosáhnout mechanickým namáháním polyanilinových filmů či vláken. [4] [16]

1.2.2 Příprava

Příprava polyanilinu je jednoduchá, protože využívá pouze běžné chemikálie. Pro přípravu nejsou vyžadovány žádné speciální podmínky. Zpracování se provádí ve vodném roztoku, na vzduchu a při laboratorní teplotě, poté se produkt vysuší a izoluje filtrací. [4]

1.2.3 Využití

Roku 1994 F. Garnier se spolupracovníky popsal první polymerní tranzistor. Poprvé v historii byl celý tranzistor včetně elektrod připraven z organického materiálu. Dal se ohnout do pravého úhlu bez ztráty funkčnosti (to nejlépe ukazuje odlišnost od součástek z klasických anorganických materiálů). [4]

Zelená barva polyanilinu se dá využít pro vojenské účely, např. z textilií na kterých je nanesen polyanilin lze vyrábět maskovací síť. Polyanilin dokáže absorbovat velkou část viditelné oblasti spektra, ale i infračervené a mikrovlnné záření. To můžeme využít jako maskování proti detekční technice. Vědci si pohrávají s myšlenkou využití změn barev u vodivých polymerů, aby se letadla, která v noci nedetekuje radar mohla stát „neviditelná“ i přes den právě díky elektrochromní (reverzibilní děj spojený s optickými změnami materiálu) polymerní vrstvě. [4] [7]

Montmorillonit

1.3 Montmorillonit

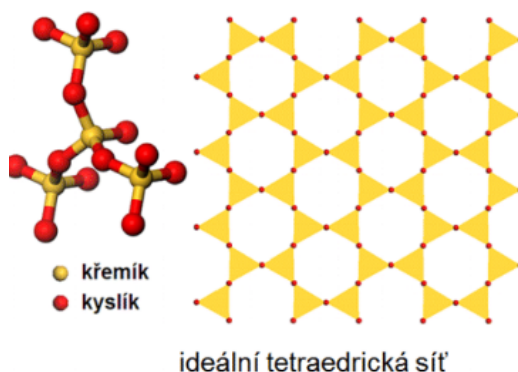
Montmorillonit (MMT) je minerál spadající do skupiny jílových minerálů. Je součástí skupiny smektitů, která patří do skupiny fylosilikátů. Smektity najdeme jako součást prachu zvířeného ve vzduchu, součást půd, ale jsou to také horninotvorné minerály. Struktura smektitu je složena ze dvou tetraedrických sítí, které mezi sebou uzavírají jednu dioktaedrickou, nebo trioktaedrickou síť. [8]

1.3.1 Vznik montmorillonitu

Nejčastěji vzniká zvětráváním čedičových tufů, sopečných popelů a skel. Může ale vzniknout i z horkých pramenů a gejzírů. Vytváří jemnozrnné agregáty, které jsou pod elektronovým mikroskopem viditelné jako jemné destičkové tvary se špatně definovatelnými obrysy. Minerál byl pojmenován podle francouzského města Montmorillon. V České republice máme naleziště montmorillonitu v Braňanech u Mostu (České středohoří) a Rokli u Kadaně (Doupovské hory). [15]

1.3.2 Struktura montmorillonitu

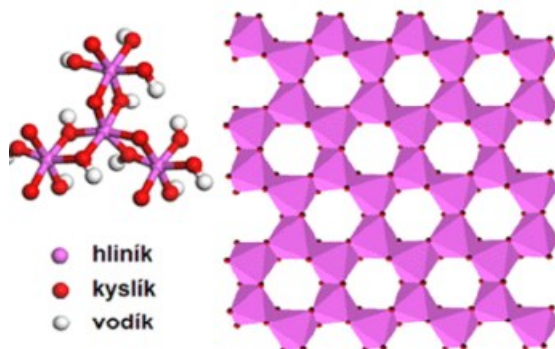
První stavební jednotkou fylosilikátů je tzv. tetraedr SiO_4 , který je třemi kyslíky propojen do „nekonečných“ 2D sítí. [22]



Obrázek 1.4: Ideální tetraedrická síť [22]

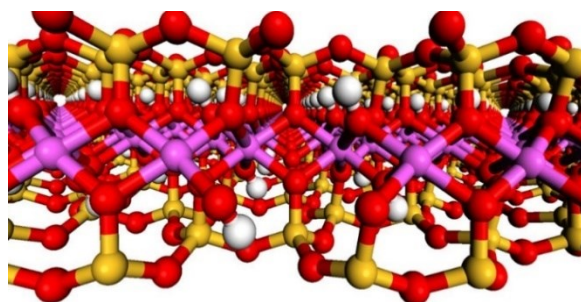
Montmorillonit

Druhou stavební jednotkou fylosilikátů je tzv. oktaedr $M(O, OH)_6$, který je vrcholy a polovinou hran propojen do „nekonečných“ 2D sítí. [22]

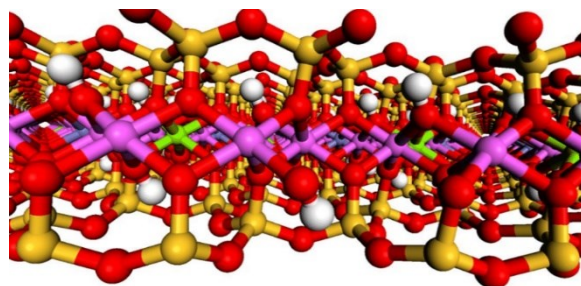


Obrázek 1.5: Ideální oktaedrická síť [22]

Montmorillonit má vrstevnatou strukturu podobnou grafitu. Nejčastěji se skládá z vrstvy 2:1, kterou tvoří dvě vrstvy tetraedrů spojené oktaedry. Ideální montmorillonit bez příměsí jiných prvků má nulový elektrický náboj, ale v realitě se používají převážně příměsové montmorillonity jako např. Portaclay, který v oktaedrické síti obsahuje příměsi. [22]



$(Si_8)(Al_4)O_{20}(OH)_4$ $x = 0$ el.
ideální montmorillonit



$(Si_8)(Al_{2.85}Mg_{0.71}Ti_{0.02}Fe^{3+}_{0.42})O_{20}(OH)_4$ $x = \sim 0.7$ el.
montmorillonit Portaclay®

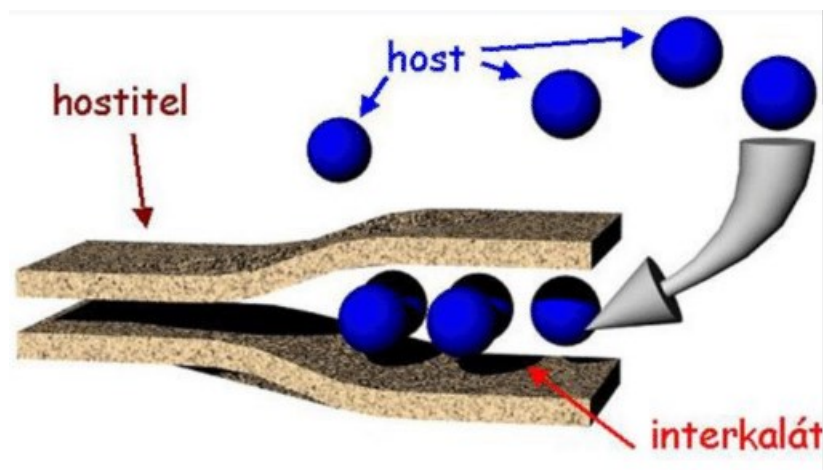
Obrázek 1.6: Struktura ideálního MMT [22]

Obrázek 1.7: Struktura MMT Portaclay [22]

1.3.3 Vlastnosti montmorillonitu

Jílové minerály a zejména montmorillonit mají schopnost interkalace, kde v průběhu interkalčního procesu přijmou do své vlastní krystalové struktury (hostitele) velké organické molekuly, polymery i velké komplexní ionty (tzv. hosty nebo též interkalanty). Tímto způsobem dochází ke vzniku umělých struktur, které mají tímto upravené fyzikální a chemické vlastnosti. Tyto vlastnosti můžeme upravovat dle potřeby. [9]

Montmorillonit



Obrázek 1.8: Proces interkalace [22]

1.3.4 Využití montmorillonitu

Mezi největší výhodu MMT patří jeho nízká cena oproti jiným látkám s podobnými vlastnostmi. Dále má velice jemné částice (plošné rozměry 300-600 nm). MMT se s jílovými materiály hojně využívá v keramice, stavebnictví, gumárenství, výrobě plastů, farmacii a optoelektronice. Má mnoho způsobů využití, ale ty nejvíce využívané v současnosti můžeme rozdělit do čtyř odvětví: katalyzátory, farmacie, optoelektronika a nové konstrukční materiály. Ve všech těchto odvětvích využití hraje roli již zmiňovaná interkalace. [9] [10]

Polyanilin/Montmorillonit nanokompozit

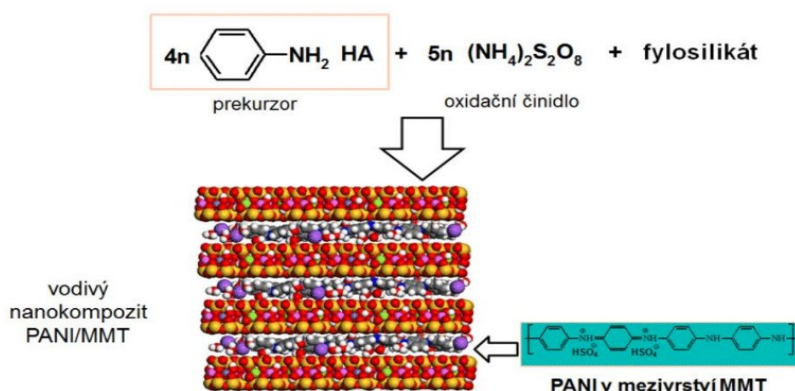
1.4 Polyanilin/Montmorillonit nanokompozit

1.4.1 Nanokompozit

Na rozdíl od vodivých kompozitů zmiňovaných v kapitole 1.1.3 jsou nanokompozity dvoufázové materiály složené z polymerní matrice a zpevňující fáze, kde alespoň jedna z nich se svou velikostí pohybuje v řádech nm. Do nanokompozitů se mohou použít plniva o jednom, dvou nebo tří rozměrech v nm. Jeden rozměr mají nanodestičky, dva mají zejména uhlíkové nanotrubičky a nanovlákna a tři mají především syntetické siloxany. [11]

1.4.2 Příprava PANI/MMT nanokompozitu

Jedná se o polykondenzační reakci, u které jsou potřeba tyto chemikálie: anilin (99,5 % a $M = 93,13 \text{ g/mol}$), kyselina sírová (96 % a $M = 98,08 \text{ g/mol}$) a peroxodisíran amonný (98 % a $M = 228,18 \text{ g/mol}$), zakoupené od firmy Lach-Ner, Česká republika. Jako substrát byla v tomto případě použita podložní mikroskopická sklička (rozměry 76 mm x 26 mm x 1 mm), která byla umyta v mýdlovém roztoku, opláchnuta destilovanou vodou a ethanollem, a potom vysušena fénem. Aby nedošlo k oboustrannému pokrytí, tak byla jedna strana skličky zalepena lepicí páskou. Takto připravená sklička se uchytla v klipsecích a zavěsila na stojan. Poté byla sklička spuštěna do kádinky, ve které byly smíchány dva roztoky: 0,2 M roztok anilinium-sulfátu připraveného z anilinu a 0,5 M kyselina sírová a 0,1 M peroxodisíran amonný rozpuštěný v destilované vodě a 0,2 g MMT. Polymerace a syntéza tenké vodivé vrstvy probíhala 4 hodiny při laboratorní teplotě. Potom se sklička vyndala z polymeračního roztoku a opláchla 0,2 M kyselinou chlorovodíkovou za účelem stabilizace a protonace vodivé vrstvy. Nakonec se sklička vysušila fénem a oddělala se ze zadní strany lepicí páskou.



Obrázek 1.9: Příprava nanokompozitu PANI/MMT [22]

Podle tohoto postupu se v Centru nanotechnologií vyrobilo třicet stejných vzorků PANI/MMT, které byly rozděleny do tří skupin po deseti vzorcích. Každá skupina je rozdělena na měřené vzorky (1. - 5. vzorek) a rezervní vzorky (6. - 10. vzorek). První skupina měřených vzorků je určena pouze pro analýzu stárnutí v čase. Druhá skupina měřených vzorků stárne v čase, a navíc se u jednotlivých měření zahřívá. Třetí skupina měřených vzorků taky stárne v čase a k tomu se u měření ochlazuje.

Měřené veličiny

1.5 Měřené veličiny

1.5.1 Elektrický odpor

Pokud připojíme k vodiči zdroj napětí, tak se v něm změní pohyb elektronů z neuspořádaného na uspořádaný. Elektrony ve vodiči se pohybují od záporného pólu ke kladnému. Při svém pohybu jsou zpomalovány srážkami s atomy v atomové mřížce, které se nazývají elektrický odpor R s jednotkou Ω . Se zvyšujícím se odporem ve vodiči se zmenšuje protékající elektrický proud.

Podle Ohmova zákona se odpor definuje jako:

$$R = \frac{U}{I} [\Omega] \quad (5.1)$$

Převrácenou hodnotou k elektrickému odporu je fyzikální veličina elektrická vodivost G s jednotkou S (Siemens), která naopak vodič popisuje, jak dobře dokáže vést elektrický proud. Čím má vodič lepší vodivost, tím má menší elektrický odpor, a tím lépe vede elektrický proud. [17]

Vzorec pro elektrickou vodivost se definuje jako:

$$G = \frac{I}{U} [S] \quad (5.2)$$

Elektrická vodivost vyjádřená pomocí převrácené hodnoty elektrického odporu.

$$G = \frac{1}{R} [S] \quad (5.3)$$

1.5.2 Optická propustnost

Spektrální propustnost, též nazývaná transmitance, je optická vlastnost materiálu, která udává množství světla P propuštěného daným materiálem v poměru k celkovému množství světla P_0 , které na materiál dopadlo. Světlo, které neprojde materiálem se pohltí v materiálové struktuře nebo se odrazí od povrchu materiálu. Transmitance je ovlivněna faktory jako je typ materiálu, chemické složení, stav povrchu materiálu, vlnová délka, polarizace světla a směr dopadajícího světla. [17] [18]

Transmitance (propustnost) v procentech:

$$T = \frac{P}{P_0} \cdot 100 [\%] \quad (5.4)$$

1.5.3 Odražený výkon

Odražený výkon je optická vlastnost materiálu, která udává hodnotu odraženého výkonu od určitého materiálu. Odražený výkon je ovlivněn typem materiálu, strukturou materiálu, stavem povrchu materiálu, vlnovou délkou a polarizací světla. Nejvíce závisí na povrchu materiálu, který pokud je dokonale hladký, tak může docházet k úplnému odrazu, kde se zároveň odrazí nejvíce výkonu. [17] [19]

1.6 Thorlabs

Thorlabs je privátně držená americká společnost vyrábějící optické vybavení. Její sídlo je v Newtonu, ve státě New Jersey. Zakladatelem a současně jejím výkonným ředitelem je Alex Cable. Společnost má v současné době sídla v mnoha amerických státech, Brazílii, Kanadě, Francii, Číně, Německu, Japonsku, Švédsku a ve Velké Británii. Thorlabs se zabývá navrhováním a výrobou zařízení v odvětvích jako jsou technologie pro dechovou analýzu, optická vlákna, lasery, optické přístroje, optomechaniku, fotoniku a izolace vibrací. Vyrábí okolo 20 000 produktů, které mají rozděleny do osmi skupin: [12] [13] [17]

- Zobrazování (zobrazovací systémy)

- Optomechanika (optomechanické komponenty a zařízení)

- Kontrola pohybu (posuvy, motorky, ovládací prvky)

- Optika (optické elementy – čočky, polarizátory)

- Optická vlákna

- Záření (zdroje koherentního a nekoherentního záření)

- Analýza záření (detektory záření, měřiče energie a výkonu)

- Aplikace (systémy pro ovládání a správnou funkci produktů od Thorlabs)

1.7 LabVIEW

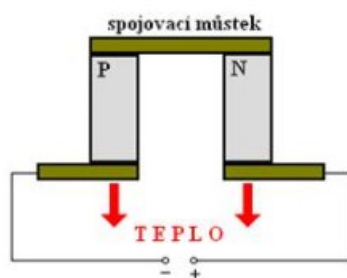
Zkratka LabVIEW znamená Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench a jedná se o software firmy National Instruments (NI). Jinými slovy je to návrhová platforma, kde se všechny návrhy provádí ve virtuálním prostředí. Programové prostředí se vyvíjí každým rokem a přidávají se nové verze, aktuálně jsou dvě nejnovější verze z listopadu 2018 LabVIEW 2018 a LabVIEW NXG 3.0. Při návrhu se používá grafický jazyk “G“, který funguje odlišně od klasických programovacích jazyků v tom smyslu, že se zde programuje pomocí bloků, které se navzájem propojují a nastavují. Tímto způsobem nevzniká blok kódu, ale blokové schéma. V mé práci jsem takové blokové schéma použil např. pro automatizaci jednotlivých stanovišť, kde při měření propustnosti záření přes vzorek se vytvořil program pro pohyb s motory tak, aby se pokryla celá plocha vzorku. [14] [17]

1.8 Peltierův článek

Peltierův článek je využit v zařízení pro zahřívání nebo chlazení vzorku. Článek využívá Peltierův jev, který je reverzním jevem k Seebeckovu jevu. Tento jev byl objeven francouzským fyzikem Jeanem Charlesem Athanase Peltierem. [17] [20]

Peltierův jev vzniká, pokud obvodem se dvěma rozdílnými vodiči zapojenými v sérii (většinou se jedná o bismut a tellur) protéká elektrický proud, tak se jedna z jejich styčných ploch zahřívá a druhá ochlazuje. [20]

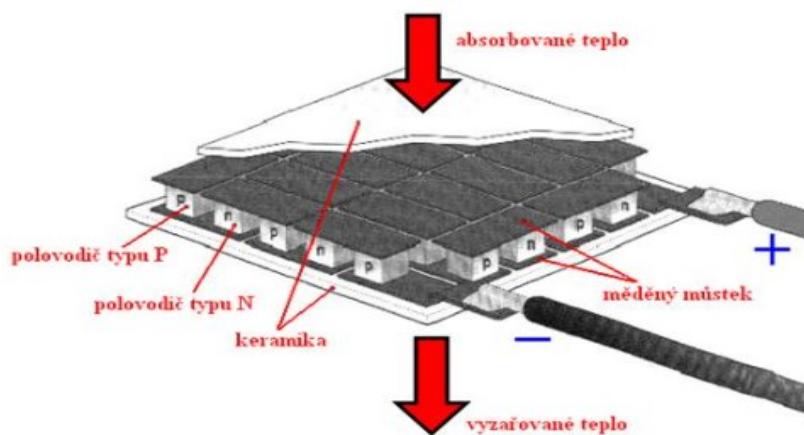
Běžný Peltierův článek je složen ze dvou sloupků vyrobených z polovodičů. Jeden sloupek je polovodič typu N a druhý typu P. Tyto sloupky jsou vzájemně propojeny spojovacím můstkem, který přivádí do článku elektrickou energii a odvádí nebo pohlcuje teplo z okolí. [17]



Obrázek 1.10: Schématické
znázornění Peltierova článku
[21]

V tomto zapojení článku jsou z polovodiče typu N (elektron jako nosič náboje) elektrony odváděny ke zdroji napětí. Přesně naopak jsou z polovodiče typu P odváděny ke zdroji napětí díry. Ve spojovacím můstku se zmenšuje počet volných nosičů náboje a klesá napětí mezi spojovacím můstkem a polovodiči. Spojovací můstek se ochlazuje a druhý spoj se zahřívá. [21]

Články se zapojují do série větších celků, které se nazývají termobaterie. Každý polovodič v modulu se nazývá element a vícero těchto elementů tvoří jeden termočlánek. Využívá se tohoto zapojení k dosažení většího teplotního rozdílu. [17]



Obrázek 1.11: Peltierův článek [21]

Peltierův článek

Použité Peltierovy články:

Na stanovišti pro zahřívání a chlazení jsou využity dva Peltierovy články s parametry:

Označení: HP-127100HTS

Rozměry: 40x44 mm

Výška: 3,45 mm

Max vstupní napětí: 16,4 V

Max vstupní proud: 10 A

Max tepelný výkon: 90 W

Max teplota: 200 °C

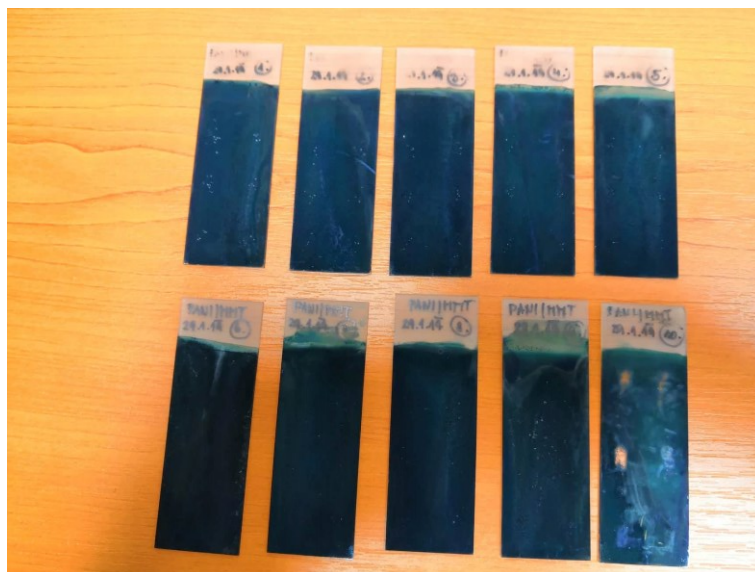
Max tepelný rozdíl: 70 °C

Počet P/N přechodů: 127

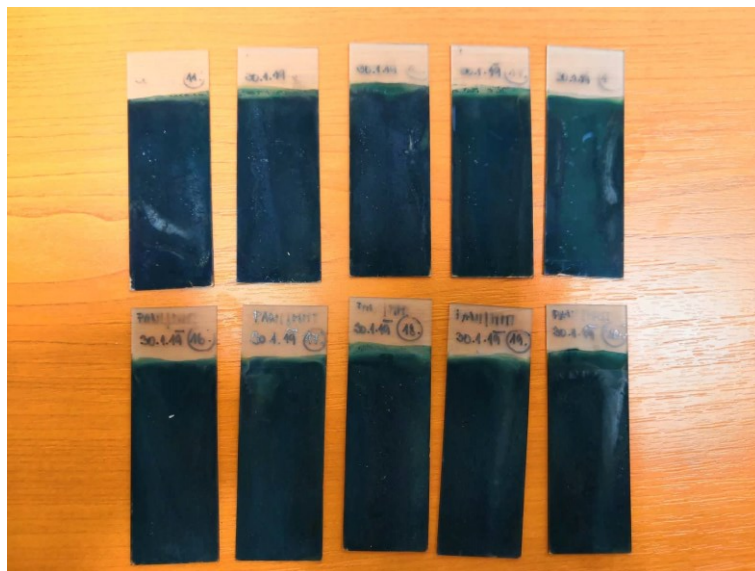
2. Praktická část

V praktické části se provádělo velké množství měření na vzorcích s naneseným tenkým nano-kompozitním PANI/MMT filmem. K měření bylo dodáno třicet vzorků PANI/MMT a třicet vzorků PANI. PANI vzorky byly měřeny v rámci jiné bakalářské práce.

Dodané vzorky byly očíslovány od jedné do třiceti a rozděleny do skupin. Skupina vzorků s čísly od jedné do deseti se zkoumala pouze z hlediska stárnutí v čase a bez teplotní zátěže (Obrázek 2.1). Druhá skupina vzorků s čísly od jedenácti do dvaceti byla zkoumána také z hlediska stárnutí v čase, ale i s teplotní zátěží, kdy se vzorky zahřívaly na 55 °C a poté se měřily jejich vlastnosti (Obrázek 2.2). Poslední skupina s čísly od dvaceti jedné do třiceti se zkoumala jako ostatní skupiny z hlediska stárnutí v čase a s teplotní zátěží, kde se vzorky chladily na -5 °C (Obrázek 2.3).

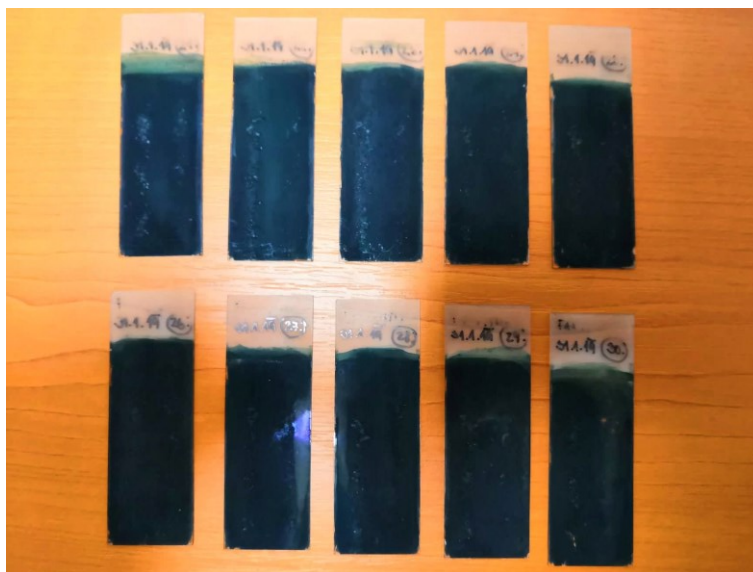


Obrázek 2.1: 1. skupina vzorků určená pro měření stárnutí v čase



Obrázek 2.2: 2. skupina vzorků určená pro měření při zahřívání

Praktická část



Obrázek 2.3: 3. skupina vzorků určená pro měření při chlazení

Hlavním cílem bylo získat data o změně parametrů těchto vzorků, co nejrychleji po jejich výrobě. Na vzorcích se provádělo měření odporu, propustnosti a odraženého výkonu při laboratorní teplotě nebo při teplotní zátěži.

Měření se prováděla na zařízeních od firmy Thorlabs. Součástky a zařízení byly programovatelné a za účelem výzkumu bylo za pomoci grafického prostředí LabVIEW vytvořeno automatizované pracoviště. Měření se prováděla pravidelně na prvních pěti vzorcích z každé skupiny. První měřicí týden byla provedena referenční měření na všech vzorcích a dále už se měřilo pouze s polovinou vzorků.

Odpor jednotlivých vzorků se měřil digitálním multimetrem MS-8229. Pro měření propustnosti a odraženého výkonu bylo využito již sestavené měřicí pracoviště. Pro simulování teplotní zátěže bylo využito také sestavené zařízení. Zařízení i pracoviště jsou popsány v diplomové práci Ing. Václava Dopity. [17]

Podrobnější informace o každém měření jsou popsány v dalších kapitolách, ve kterých najdeme i statistické zpracování a zhodnocení naměřených výsledků.

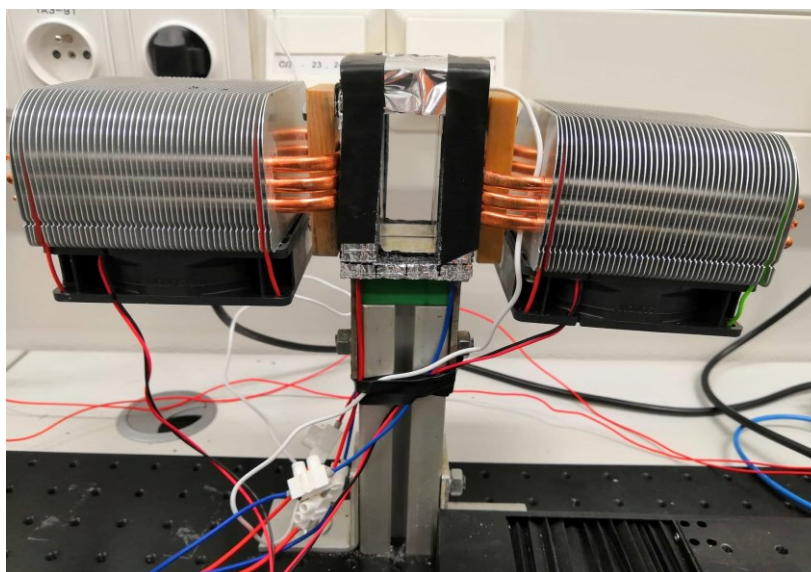
Měřicí zařízení pro simulaci tepelné zátěže

2.1 Měřicí zařízení pro simulaci tepelné zátěže

Chlazení i zahřívání vzorku se provádělo ve zkonstruovaném zařízení, kde se ke změnám teplot využívaly Peltierovy články, které byly chlazeny dvěma ventilátory. Toto zařízení je vidět na obrázku 2.4. Zařízení bylo schopné za laboratorní teploty ochladit vzorek na teplotu $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ a zahřát vzorek na $55\text{ }^{\circ}\text{C}$. U chlazení pomocí Peltierových článků (teorie v kapitole 1.8) nastal problém dostat se s teplotou níže, než již zmíněných $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ kvůli udržované stálé laboratorní teplotě $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ a zároveň maximálního přípustného proudu 10 A .

Vzorky se dávaly do otvoru v horní části zařízení. Otvor byl přizpůsoben přesně na velikost vzorků. Po vložení vzorků z příslušných skupin se začalo buď zahřívát nebo chladit. Podle toho, jestli se mělo chladit nebo zahřívát se zapojily napájecí vodiče na příslušnou polaritu. Pokud se chtělo změnit z chlazení na zahřívání nebo naopak, pak stačilo pouze vyměnit polaritu zapojení vodičů. Při zapnutých Peltierových článcích bylo vždy nutné zapnout také ventilátory určené k jejich chlazení.

Zařízení pro tepelnou regulaci bylo použito při měření odporu a propustnosti. Při měření odporu byl vzorek PANI/MMT v zařízení a pomocí kovových sond multimetru potaženými elektrovodivou pryží se měřil elektrický odpor. Při měření propustnosti bylo využito lineárních posuvů, na kterých byly připevněny dvě optická vlákna nasměrovaná proti sobě. Toto zařízení nebylo možné použít při měření odrazivosti.



Obrázek 2.4: Zařízení pro simulaci tepelné zátěže

Výsledky měření

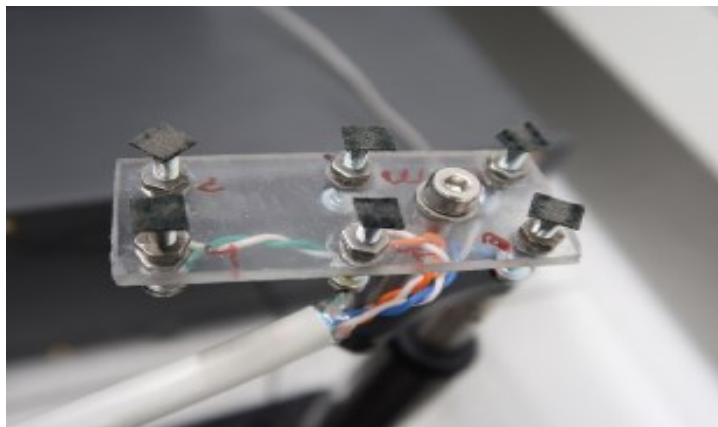
2.2 Výsledky měření

2.2.1 Měření elektrického odporu PANI/MMT nanokompozitu

Na prvním pracovišti probíhalo měření odporu PANI/MMT vrstvy nanokompozitu. Zkoumaly se změny vlastností v průběhu stárnutí v čase, ale i při vystavení různé teplotě. Teorii lze najít v kapitole 1.5.1. Měření se mohla provádět třemi způsoby.

První ze způsobů je založený na přímém kontaktu měřících sond z digitálního multimetru se samotným tenkým PANI/MMT filmem. Z předešlých zkušeností víme, že pokud bychom přikládali samotné kovové konce sond bez jakékoli ochrany, tak dojde k nenávratnému poškození PANI/MMT filmu. K upevnění sond ke vzorku se využívá krokosvorek, které jsou potažené elektrovodivou pryží. Elektrovodivá pryž slouží primárně jako ochranný prvek a zároveň neovlivňuje měření odporu vzorku. V této bakalářské práci se tento způsob zkusil při prvních měření, ale pak se od něj upustilo, protože se nedal využít pro měření odporu vzorku, který je v zařízení pro simulaci tepelné zátěže. Kromě toho se po připnutí krokosvorek na vzorek zjistilo, že i přes ochranu v podobě elektro vodivé pryže se po několika přichycení z důvodu mechanického tření vzorek lehce poškodí.

Další způsob měření elektrického odporu je pomocí speciálně vyrobené měřící sondy, která měla tvar obdélníku se stejnou velikostí jako vzorek a šest kovových vývodů (Obrázek 2.5). Vývody byly potaženy elektrovodivou pryží, aby se zmírnilo poškození vzorku. Tato sonda se přitiskla všemi šesti vývody na vzorek, který byl umístěn v zařízení pro tepelnou regulaci. Od jednotlivých vývodů vedly kabely do svorkovnice, která měla šest očíslovaných pozic. Tyto pozice odpovídaly jednotlivým vývodům na sondě, které měly taky svá čísla. Do pozic ve svorkovnici se daly vložit konce měřících sond digitálního multimetru.



Obrázek 2.5: Měřící sonda [23]

Velkou výhodou oproti prvnímu způsobu je možnost měření hodnot vždy ve stejném místě vzorku, díky své konstrukci a možnosti využití v kombinaci se zařízením pro simulaci tepelné zátěže.

Nevýhodou tohoto způsobu měření byla nutnost přitisknutí sondy k vzorku velkou silou. Na tyč se sondou se musel vyvinout velký tlak, aby se přichytily všechny kovové vývody s pryží. Při měření byly vývody měřící sondy nastaveny tak, aby byly ve stejné výšce z důvodu, že po přiložení nedoléhaly všechny vývody na vzorek i po vyvinutí velkého tlaku. Po seřízení výšky vývodů se bohužel nepovedlo

Výsledky měření

ani u jednoho vzorku přitisknout sondu ke vzorku tak, aby dolehlo všech šest vývodů. Po několika pokusech na pokusném rezervním vzorku PANI/MMT číslo 10, byl vzorek nenávratně poškozen. Na vzorku se tlakem vytlačily místa úplně bez naneseného nanokompozitního filmu PANI/MMT. Poškozený vzorek je na obrázku 2.6. Z tohoto důvodu nebyl použit ani tento způsob a zvolil se poslední způsob.



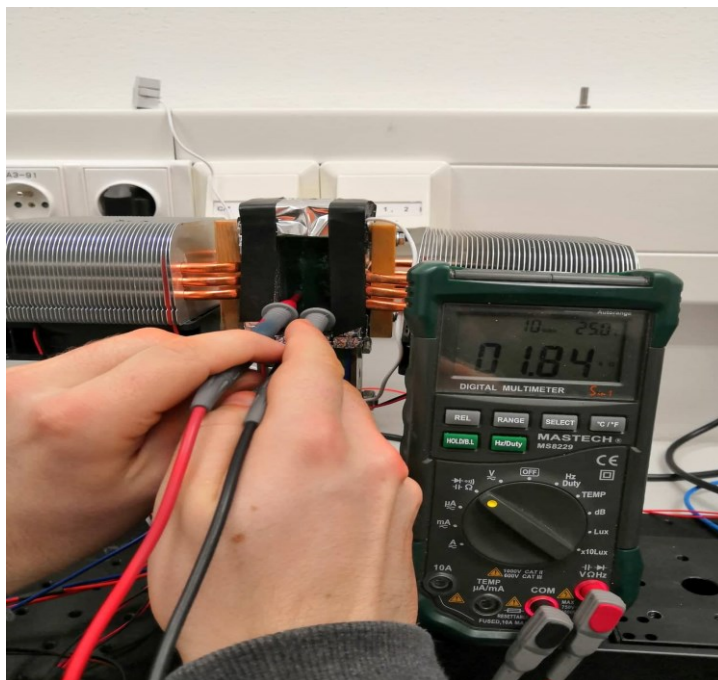
Obrázek 2.6: Poškozený vzorek PANI/MMT 10

Poslední způsob spočíval v kombinaci předešlých dvou způsobů. V tomto případě byl vzorek umístěn v zařízení pro simulaci tepelné zátěže, takže se dal měřit odpor i s teplotními změnami jako bylo zahřívání na 55 °C nebo chlazení na -5 °C. Avšak ke měření se nepoužívala měřící sonda, ale byly použity měřící kovové sondy z digitálního multimetru, které měly na koncích připevněnou elektrovodivou pryž, která sloužila jako ochrana pro vzorek před poškozením. Jednalo se tedy o dvoubodovou metodu měření odporu vyfocenou na obrázku 2.7.

Výhodou tohoto způsobu je možnost měřit všechny vzorky stejně, ať už se zahřívají nebo chladí nebo se měří bez teplotní zátěže. Sondy s pryží měřily odpor za použití malého tlaku na přitlačení ke vzorku, tudíž se mechanickým třením tolik nepoškozovala nanosená vrstva PANI/MMT nanokompozitu na sklíčku. Z těchto důvodů byla zvolena tato metoda měření.

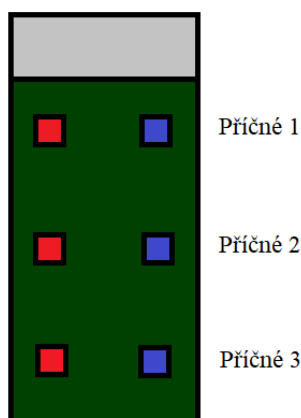
Nevýhodou této metody bylo přikládání měřících sond. Ty nebyly přiloženy vždycky na stejné místo, ale na přibližně stejné.

Výsledky měření



Obrázek 2.7: Zvolený způsob měření elektrického odporu

Měření probíhala tak, že ke vzorkům se přikládaly měřicí sondy ve třech místech, které byly pojmenovány příčné 1, příčné 2 a příčné 3. Jednalo se o měření odporu vzorků pouze příčně přes vzorek po domluvě s Centrem nanotechnologií. Jednotlivá příčná měření se lišila pouze umístěním měřících sond na vzorek. Příčné 1 bylo umístění sond na horní části vzorku, příčné 2 se umísťovalo do středu vzorku a příčné 3 na dolní část vzorku. Tyto umístění najdeme na obrázku 2.8.



Obrázek 2.8: Měřené kombinace pro zvolený způsob měření

Výsledky měření

Komponenty pro měření elektrického odporu:

Digitální multimetr:

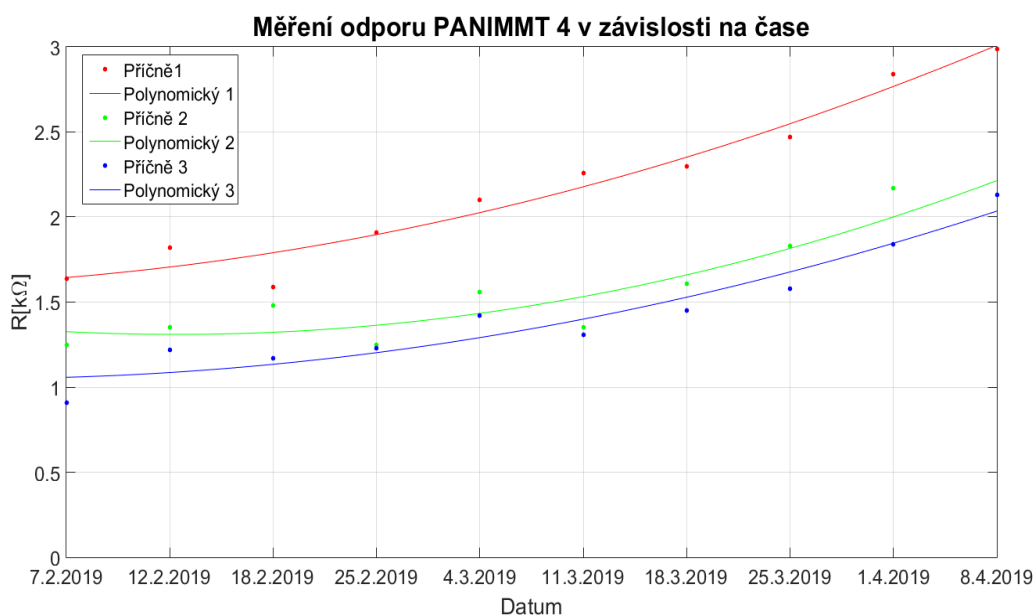
- Výrobce: MASTECH
- Model: MS8229
- Měřicí rozsah: 400 Ω –40 M Ω
- Přesnost měření: 1,2 % + 2 digit

Elektrovodivá pryž:

- Typ: elektrovodivá silikonová pryž pro elektroniku
- Objemová rezistivita: 0,2 Ω /cm
- Tloušťka: 0,5 mm
- Materiál: silikonový kaučuk s obsahem NI-grafitu

2.2.1.1 Výsledky měření odporu vzorků stárnoucích v čase

Z naměřených dat první skupiny vzorků byl vybrán vzorek PANI/MMT 4, který vykazuje zvyšování svého odporu postupem času, jak je vidět na obrázku 2.9. Tento jev je způsoben degradací samotného materiálu, ale i mechanickým opotřebením při manipulaci se vzorky. Ostatním vzorkům se také zvyšoval jejich elektrický odpor. Pro vykreslení byla použita polynomická regresní křivka polynomu druhého řádu. Ostatní naměřená data jsou v dodané USB příloze.



Obrázek 2.9: Graf měření odporu vzorku v závislosti na čase

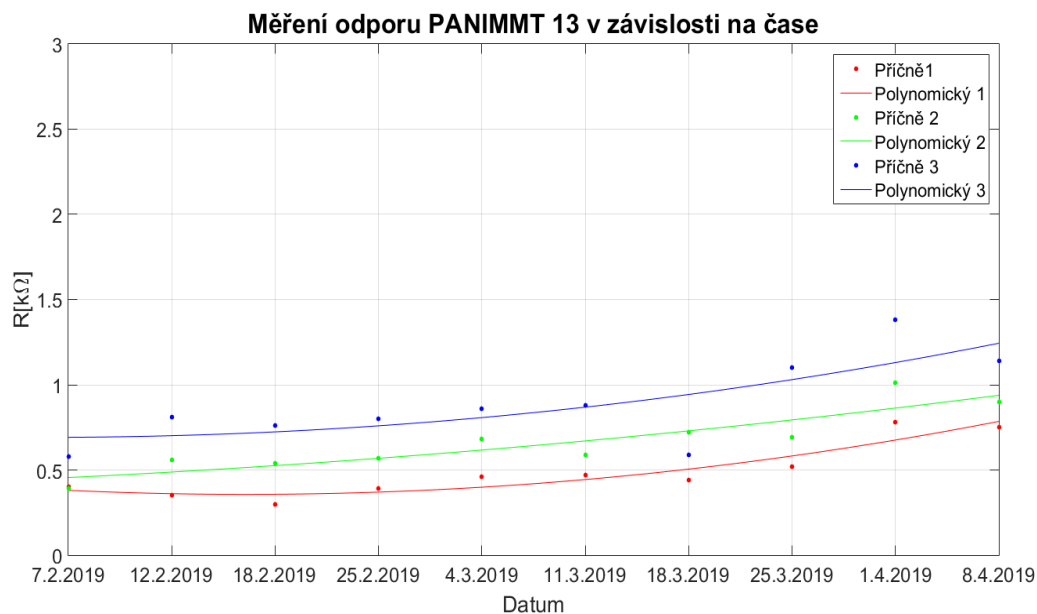
Vzorek PANI/MMT 4	Funkce polynomické regrese	Hodnota spolehlivosti R^2
Příčné 1	$y = 0.01125x^2 + 0.02789x + 1.606$	0.9609
Příčné 2	$y = 0.01436x^2 - 0.05925x + 1.371$	0.8729
Příčné 3	$y = 0.01004x^2 - 0.001811x + 1.049$	0.9184

Tabulka 2.1: Tabulka polynomické regresní rovnice pro graf 2.9

Výsledky měření

2.2.1.2 Výsledky měření odporu vzorků při zahřívání

V druhé skupině vzorků se vybral vzorek PANI/MMT 13, který je pro porovnání vyneseno ve dvou grafech, kde v prvním grafu (Obrázek 2.10) je vzorek měřen při laboratorní teplotě (25 °C) a v druhém grafu (Obrázek 2.11) byla nejprve měřicí komora zahřáta na teplotu 55 °C a až poté vložen vzorek a měřen. Z grafů plyne, že zahřátí vzorku nemá nijak výrazný vliv na měřený odpor vzorku.

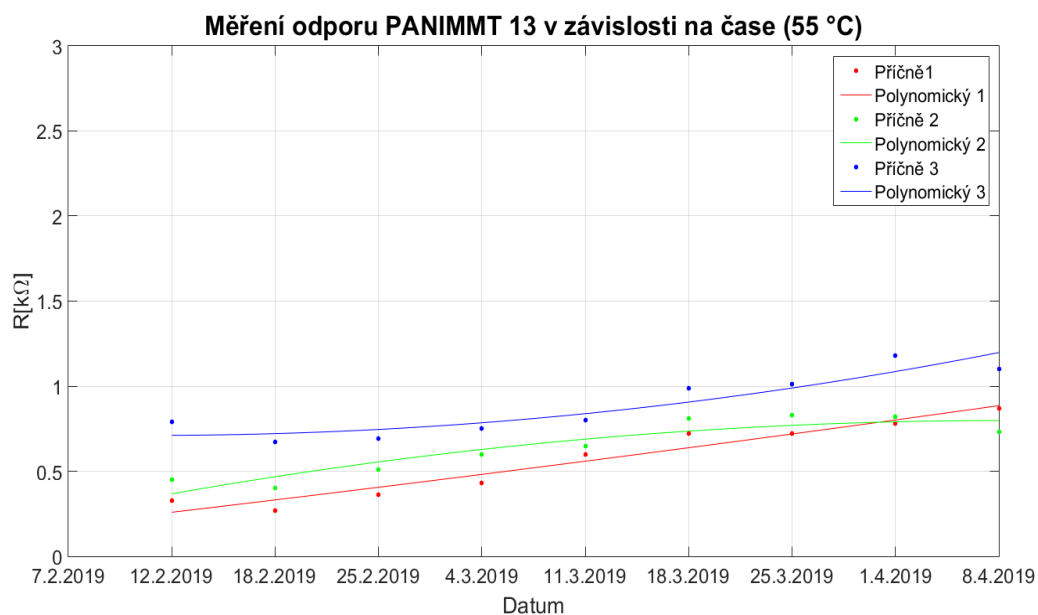


Obrázek 2.10: Graf měření odporu vzorku při laboratorní teplotě (25 °C)

Vzorek PANI/MMT 13	Funkce polynomicke regrese	Hodnota spolehlivosti R^2
Příčné 1	$y = 0.008068x^2 - 0.04378x + 0.4162$	0.8747
Příčné 2	$y = 0.002652x^2 + 0.02447x + 0.4283$	0.8170
Příčné 3	$y = 0.006477x^2 - 0.009917x + 0.6952$	0.5883

Tabulka 2.2: Tabulka polynomicke regrese pro graf 2.10

Výsledky měření



Obrázek 2.11: Graf měření odporu vzorku při zahřívání (55 °C)

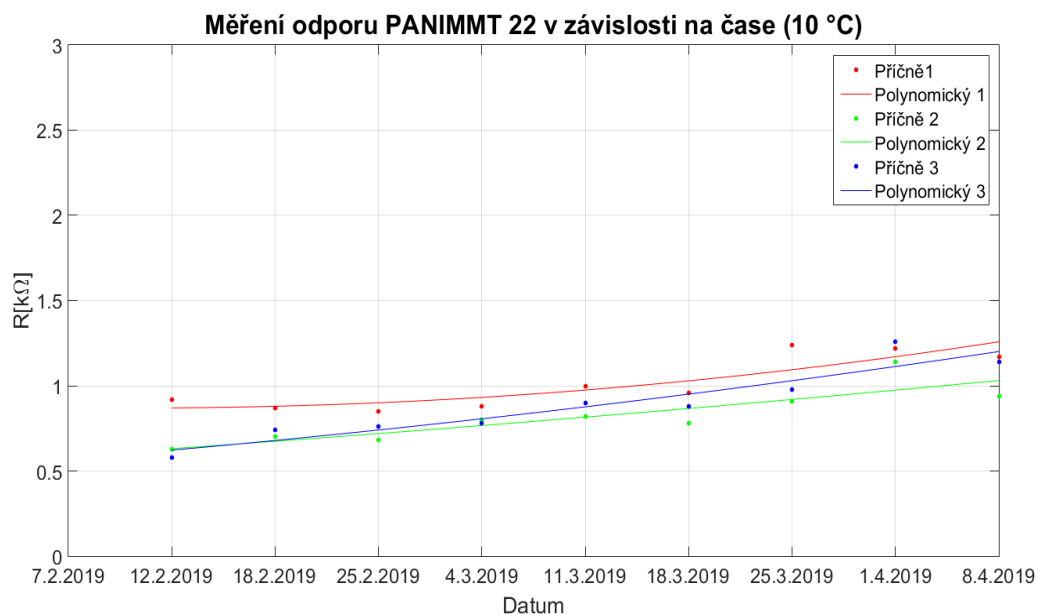
Vzorek PANI/MMT 13	Funkce polynomicke regrese	Hodnota spolehlivosti R^2
Příčné 1	$y = 0.0008225x^2 + 0.06846x + 0.1186$	0.9421
Příčné 2	$y = -0.006613x^2 + 0.1332x + 0.1275$	0.8609
Příčné 3	$y = 0.00724x^2 - 0.02605x + 0.734$	0.8549

Tabulka 2.3: Tabulka polynomicke regresní rovnice pro graf 2.11

Výsledky měření

2.2.1.3 Výsledky měření odporu vzorků při chlazení

U poslední skupiny se vybral vzorek PANI/MMT 22. Naměřená data byla vynesena do grafů, kdy každý graf znázorňuje měření odporu vzorku při jiné teplotě, protože při chlazení bylo vyžadováno měřit vzorek při teplotách 10 °C, 5 °C, 0 °C, -2,5 °C a -5 °C. Grafy byly zvoleny pro teplotu 10 °C (Obrázek 2.12), 0 °C (Obrázek 2.13) a -5 °C (Obrázek 2.14). Z grafů je vidět, že chlazení také nemá větší vliv na měřený odpor vzorku.

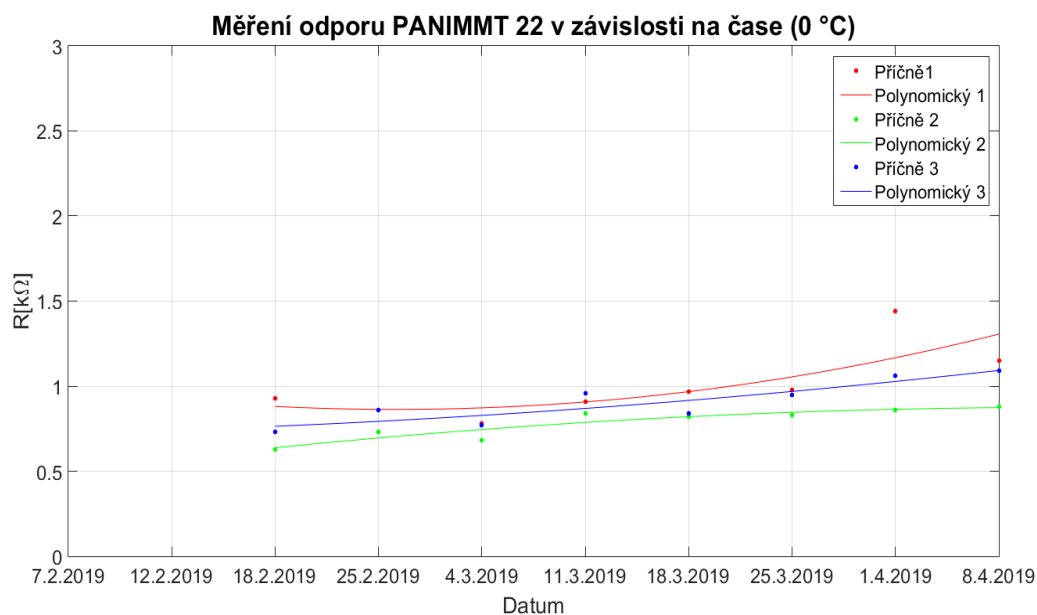


Obrázek 2.12: Graf měření odporu vzorku při chlazení (10 °C)

Vzorek PANI/MMT 22	Funkce polynomicke regrese	Hodnota spolehlivosti R ²
Příčné 1	$y = 0.005574x^2 - 0.01838x + 0.8847$	0.7714
Příčné 2	$y = 0.0009307x^2 + 0.03883x + 0.5495$	0.7629
Příčné 3	$y = 0.002186x^2 + 0.0461x + 0.5212$	0.8877

Tabulka 2.4: Tabulka polynomicke regresní rovnice pro graf 2.12

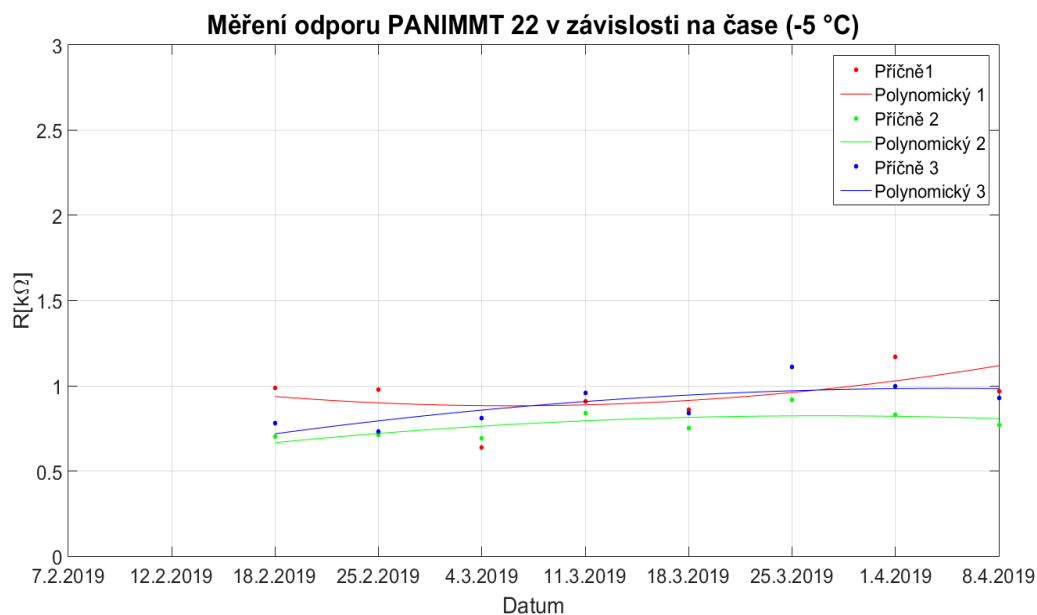
Výsledky měření



Obrázek 2.13: Graf měření odporu vzorku při chlazení (0 °C)

Vzorek PANI/MMT 22	Funkce polynomické regrese	Hodnota spolehlivosti R^2
Příčné 1	$y = 0.01298x^2 - 0.0108x + 1.088$	0.6137
Příčné 2	$y = -0.003988x^2 + 0.08554x + 0.4172$	0.8535
Příčné 3	$y = 0.002976x^2 + 0.008214x + 0.7127$	0.7933

Tabulka 2.5: Tabulka polynomické regresní rovnice pro graf 2.13



Obrázek 2.14: Graf měření odporu vzorku při chlazení (-5 °C)

Výsledky měření

Vzorek PANI/MMT 22	Funkce polynomicke regrese	Hodnota spolehlivosti R^2
Příčné 1	$y = 0.01054x^2 - 0.1111x + 1.176$	0.2556
Příčné 2	$y = -0.005655x^2 + 0.09363x + 0.4363$	0.4865
Příčné 3	$y = -0.00631x^2 + 0.1199x + 0.4155$	0.5898

Tabulka 2.6: Tabulka polynomicke regresní rovnice pro graf 2.14

2.2.1.4 Závěr měření

Při dlouhodobém měření elektrického odporu všechny vzorky vykazovaly rostoucí tendenci elektrického odporu z důvodu degradace samotné vrstvy PANI/MMT. Odpor vzorků se pohyboval v jednotkách $k\Omega$. Odpor samotných vzorků velmi závisel na kvalitě nanesené vrstvy nanokompozitu PANI/MMT.

Měřená data byla také mírně ovlivněna zvoleným způsobem měření, kdy byl využit způsob měření pomocí kovových sond opatřených elektrovedivou pryží (dvoubodová metoda) z důvodu nefunkčnosti a nevyužitelnosti ostatních způsobů.

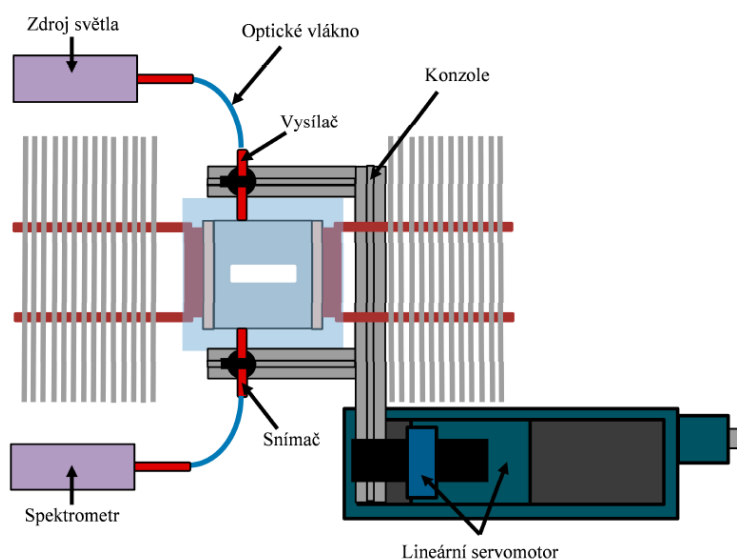
Z naměřených dat vyplývá, že na měření elektrického odporu vzorků nemá teplota nějaký větší vliv.

Výsledky měření

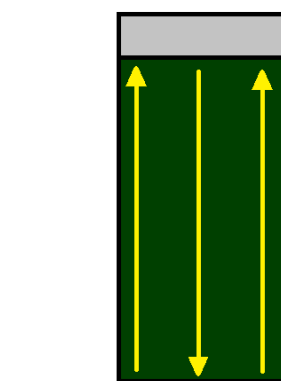
2.2.2 Měření propustnosti PANI/MMT nanokompozitu

Při měření propustnosti bylo cílem zjistit, jak ovlivňuje nanosená vrstva PANI/MMT nanokompozitu měřenou propustnost světla. Vrstva nanokompozitu na sklíčku pohlcuje nebo odráží velkou část vysílaného světla, takže se může změřit pouze procentuální část světla, která přes vrstvu projde. Při výrobě PANI/MMT nanokompozitu se nedá dosáhnout rovnoměrného rozprostření nanokompozitu po sklíčku, tudíž vznikají části s větším poměrem a s menším poměrem nanoseného nanokompozitu. V tomto měření se získává procentuální hodnota propustnosti daného PANI/MMT nanokompozitu v jednotlivých bodech, které pokrývají celé sklíčko. Teorii najdeme v kapitole 1.5.2.

Pro toto měření bylo navrženo a sestaveno měřicí pracoviště z komponentů od firmy Thorlabs a přímo naprogramovaným softwarem v LabVIEW. Schéma pracoviště je vidět na obrázku 2.15. Komponenty od firmy Thorlabs společně s programem v LabVIEW celé pracoviště zautomatizovaly. Rovněž zde bylo využito zařízení pro simulaci tepelné zátěže, ve kterém byl vzorek při měření umístěn.



Obrázek 2.15: Schéma zapojení pro měření propustnosti [19]



Obrázek 2.16: Znáznornění pohybu při měření propustnosti

Celé měření spočívalo v zachycení zbylého množství světla, které prošlo PANI/MMT nanokompozitem spektrometrem. Nejprve se upevnila dvě optická vlákna do držáků, které byly na konstrukci zajišťující pohyb těchto vláken po celém vzorku (Obrázek 2.17). Tyto vlákna se potom nasměrovala přímo proti sobě a přiblížila, co nejbližší k sobě, ale jen do vzdálenosti, aby se mohla posouvat a nedotýkala se vzorku. Nastavení vláken probíhalo pomocí programu SafibraDas 2.0, který ukazoval množství zachyceného přichozího světla. Vždy se snažilo vlákna nastavit tak, aby vlákno vedoucí do spektrometru pohlcovalo nejvíce světla, což se projevilo v programu jako velký vzrůst propustnosti světla. Potom se v programu musel nastavit příslušný integrační čas. Následovalo vložení vzorku do zařízení pro simulaci tepelné zátěže. Dále se zhaslo v celé laboratoři včetně širokospektrálního zdroje bílého světla a v programu se při tomto stavu nastavil režim Dark spektrum, potom se rozsvítil pouze širokospektrální zdroj bílého světla a nastavilo se Referenční spektrum. Nakonec se program nastavil do transmittančního režimu a zvolila se cesta, kam se budou naměřená data ze spektrometru ukládat.

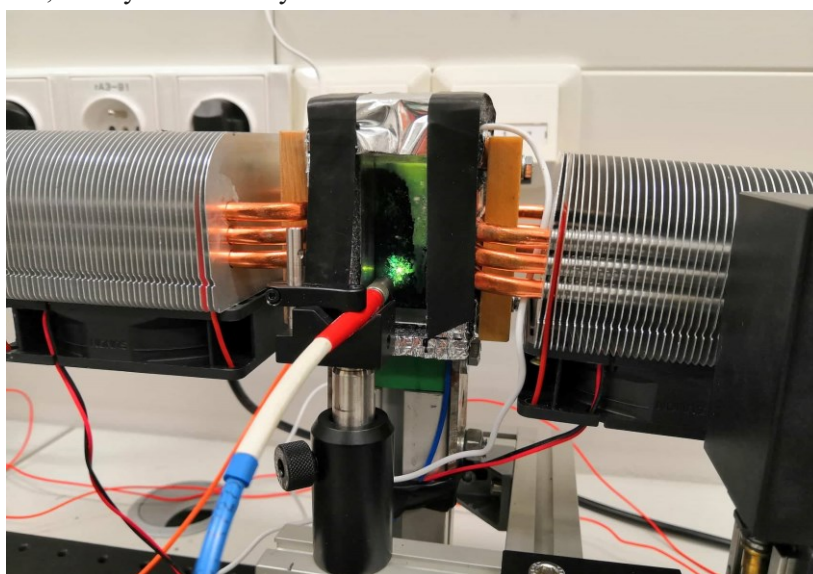
Následně se musely přiřadit ovladače jednotlivým motorkům, které ovládaly, jak vertikální posuv MTS50/M-Z8, tak horizontální posuv NRT150/M. Toto přiřazení zajišťovaly dva programy

Výsledky měření

APT Config a Kinesis. Nejprve se provedlo přiřazení v programu APT Config, který se následně ukončil a dále se nastavilo přiřazení v programu Kinesis.

Dále se spustil již vytvořený program pro měření propustnosti v LabVIEW, který zajišťoval automatizaci obou posuvů. Po otevření programu bylo nutné vyplnit na úvodní obrazovce čísla motorků, které ovládaly jednotlivé posuvy. Po spuštění programu se jako první přesunuly posuvné držáky s optickými vlákny do levého dolního rohu (výchozí pozice). Po tomto kroku mohlo začít měření.

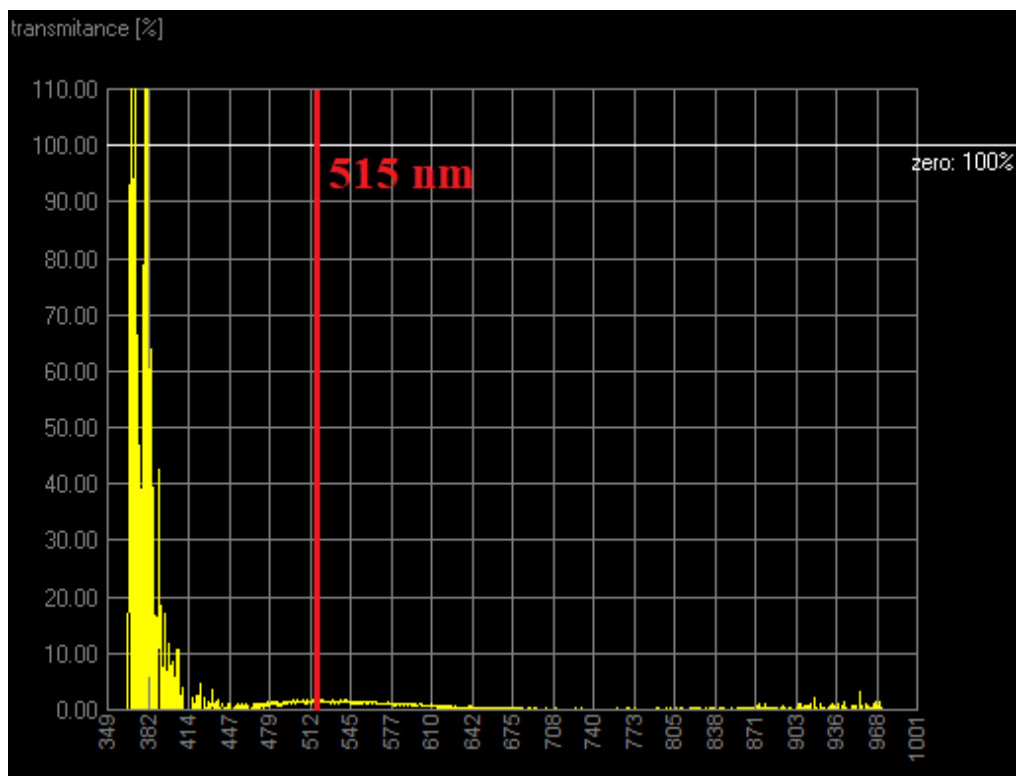
Program byl vytvořen, aby pohyboval s držáky ve třech liniích viditelných na obrázku 2.16. Každá řada se skládala z 32 vertikálních posuvů. Poté se program posunul o 6 mm doprava a pokračoval s prostřední řadou, a nakonec se znovu přesunul o dalších 6 mm k poslední třetí řadě. Synchronně s tím se ukládala data v programu SafibraDas 2.0. Data se ukládala do tří souborů podle jednotlivých řad, kterými se optická vlákna pohybují. K vytvoření matematického modelu bylo potřeba minimálně 50 hodnot v jedné řadě, což vyžadovalo zvýšení četnosti ukládání.



Obrázek 2.17: Pracoviště pro měření propustnosti

Pro zpracovávaná data se ještě musela zvolit vlnová délka pro kterou se budou vykreslovat matematické modely. Vlnová délka se určila podle přijímaného vlnového spektra tam kde vykazoval vzorek PANI/MMT největší propustnost. Z obrázku 2.18 je vidět, že nejvhodnější vlnová délka je v rozmezí 512–545 nm. Pro vykreslování byla zvolena vlnová délka 515 nm.

Výsledky měření



Obrázek 2.18: Spektrální charakteristika propustnost vzorku PANI/MMT 1

Komponenty pro měření propustnosti:

Horizontální posuv:

- Výrobce: Thorlabs
- Model: NRT 150 Enc Stage 150 mm
- Typ: lineární pohon o délce 150 mm
- Ovladač krokových motorů (číslo: 80820460)

Vertikální posuv:

- Výrobce: Thorlabs
- Model: MTS50/M-Z8
- Typ: lineární pohon o délce 50 mm
- Ovladač krokových motorů (číslo: 83820778)

Zdroj záření:

- Výrobce: Thorlabs
- Typ: SLS201L/M
- Typ zářiče: halogenová žárovka s wolframovým vláknem
- Vlnová délka: 360–2600 nm
- Výkon: 9 W
- Napájení: 90–264 VAC

Výsledky měření

Spektrometr:

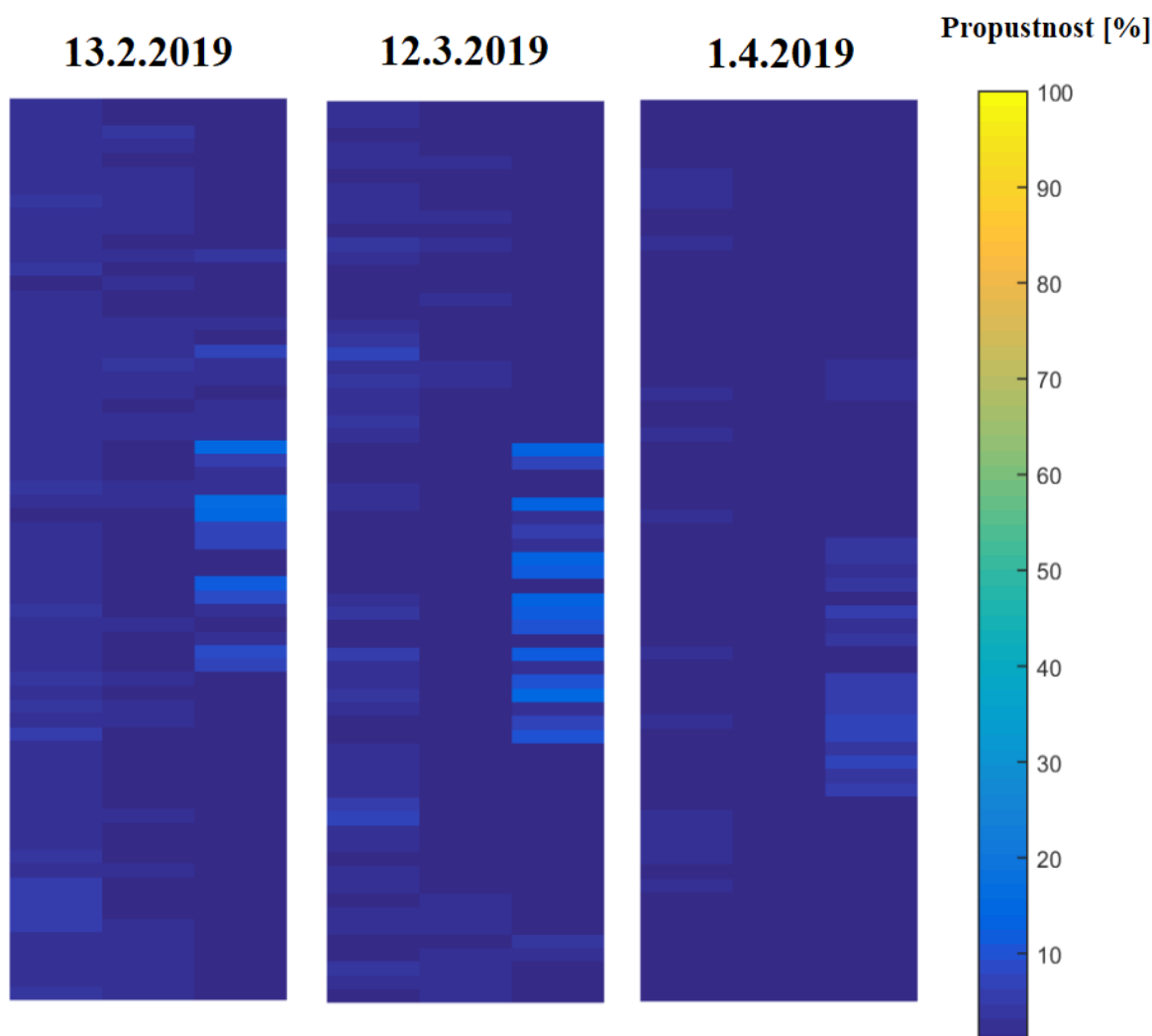
- Výrobce: Ocean Optics
- Typ: USB560 Red Tide Spectrometers
- Vlnová délka: 350–1000 nm
- Snímač: CCD
- A/D převodník: 12 bit
- Integrovaný čas: 3 ms–65 s
- Komunikace: USB
- Konektor: SMA 905

Výsledky měření

2.2.2.1 Výsledky měření propustnosti v čase

První skupina vzorků byla měřena výše popsáním způsobem za stejných laboratorních podmínek. Pro vykreslení byl vybrán vzorek PANI/MMT 1 (Obrázek 2.19), který byl vykreslen třikrát a vyobrazen vedle sebe, aby se mohly porovnat změny v propustnosti vzorku. Jednotlivé modely mají nad sebou datумы, kdy se měřily. Ostatní vzorky jsou v příloze.

Matematický model naměřených vzorků se vytvořil pomocí hotového programu v softwaru Matlab. Tento program vždy vybere sloupec s daty podle toho, jaká se zvolí vlnová délka a vykreslí matematický model z vybraných dat.



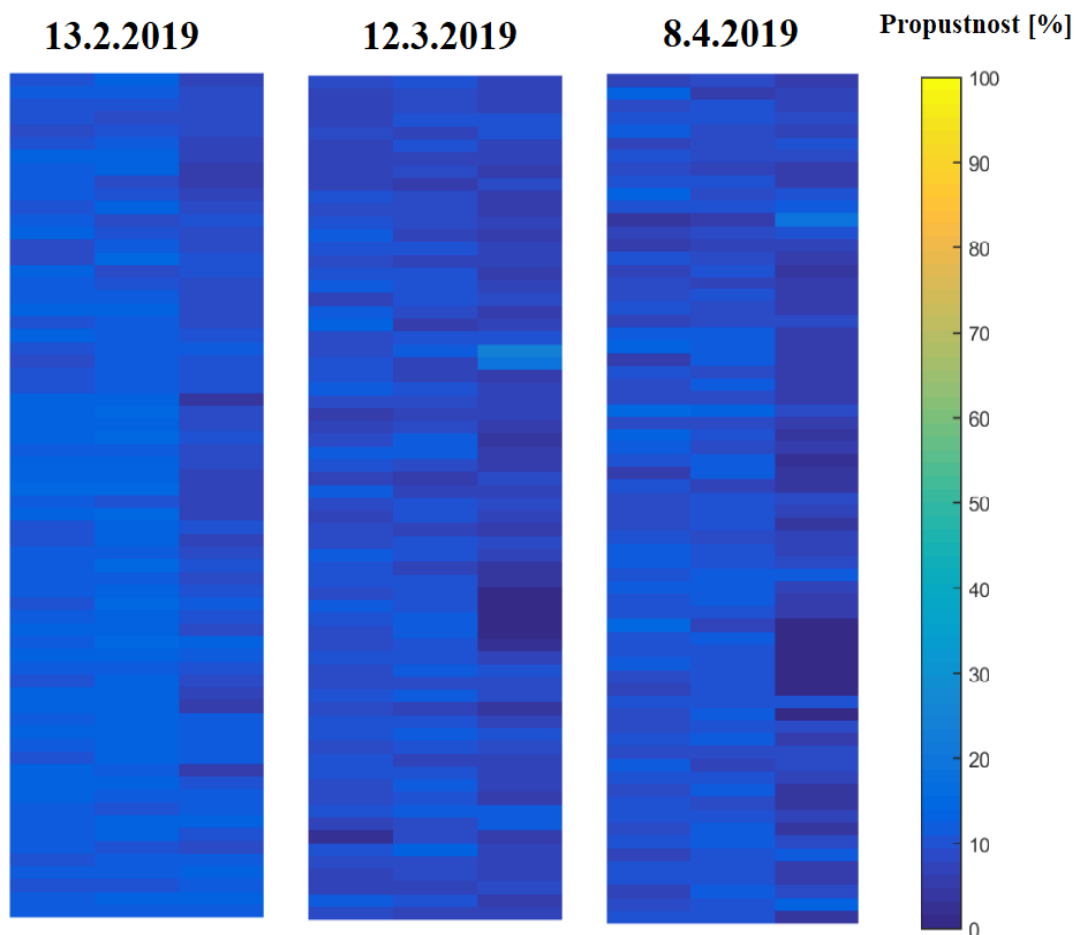
Obrázek 2.19: Matematický model propustnosti v čase

Z modelů je vidět, že se propustnost vzorku PANI/MMT pohybuje v rozmezí 0–10 % světla a není nijak významně ovlivněn stárnutím vzorku.

Výsledky měření

2.2.2.2 Výsledky měření propustnosti při zahřívání

Z druhé skupiny se zvolil vzorek PANI/MMT 15 (Obrázek 2.20), který byl zobrazen stejným matematickým modelem jako v kapitole 2.2.2.1. Před měřením propustnosti této skupiny vzorků byla nejprve měřicí komora zahřáta na 55 °C. Poté se vložil vzorek a začalo se měřit.



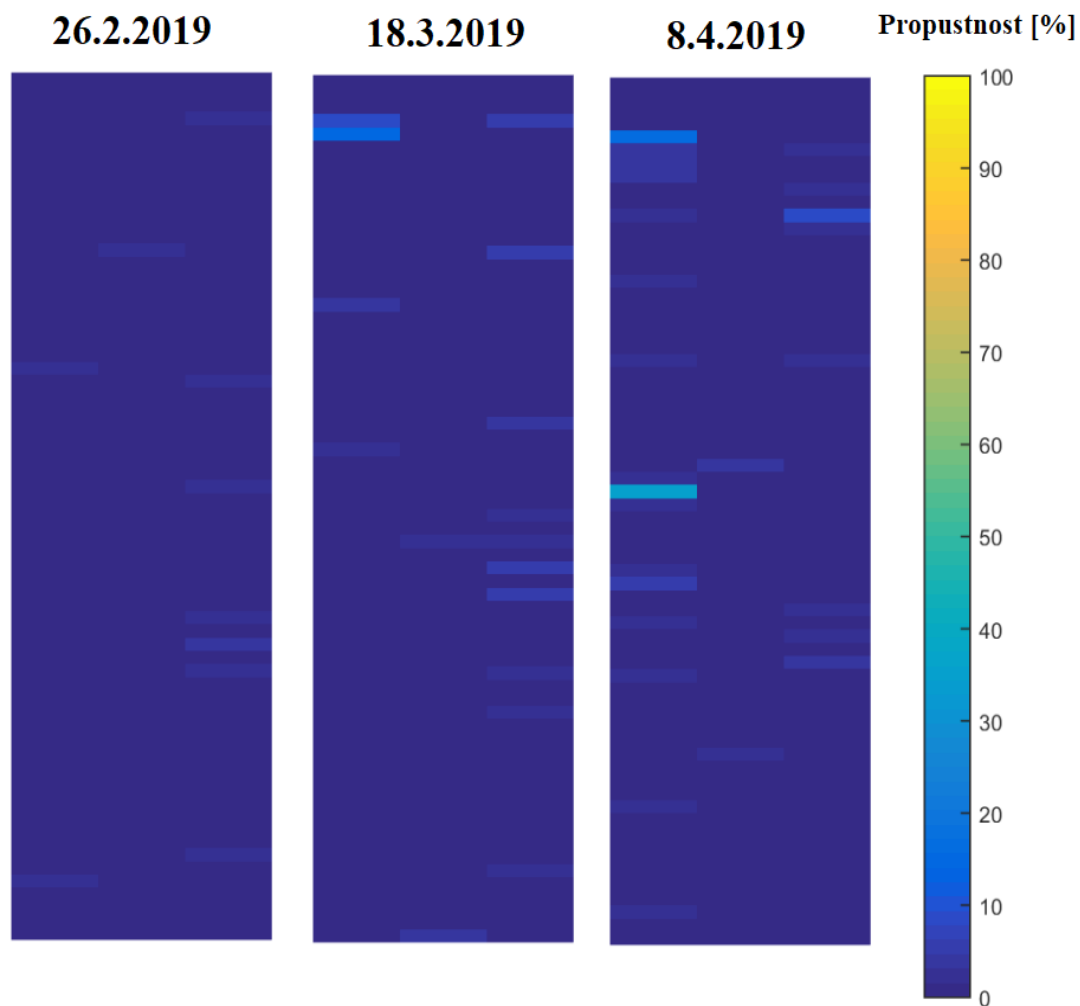
Obrázek 2.20: Matematický model propustnosti při zahřívání

Propustnost vzorku PANI/MMT 15 se pohybuje okolo 10–20 %. Vzorek při zahřátí vykazuje zvýšenou propustnost asi o 10 %, která ale může být ovlivněna tloušťkou nanesené vrstvy PANI/MMT.

Výsledky měření

2.2.2.3 Výsledky měření propustnosti při chlazení

Z třetí skupiny byl vybrán vzorek PANI/MMT 24 (Obrázek 2.21). Při měření se měřicí komora nejdříve zchladila na -5 °C a potom se vložil vzorek.



Obrázek 2.21: Matematický model propustnosti při chlazení

Z modelů je vidět, že při chlazení vzorků se hodnota propustnosti blíží 0 %. Nízká teplota vzorkům snižuje propustnost.

Výsledky měření

2.2.2.4 Závěr měření

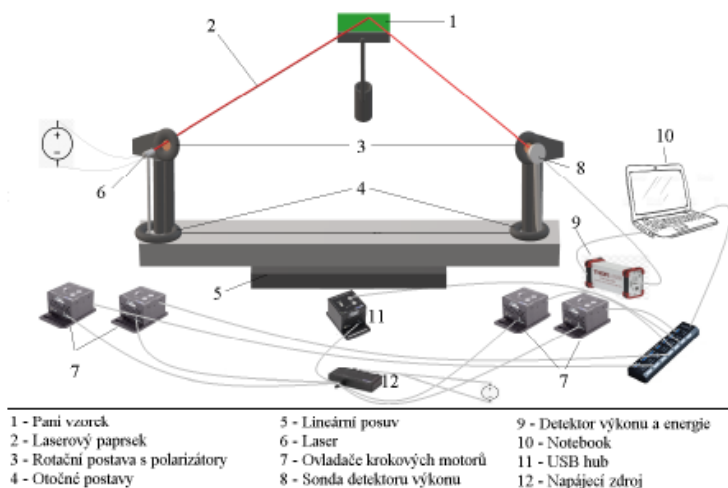
Při dlouhodobém měření se propustnost pohybovala u velmi nízkých hodnot. Naměřené hodnoty vykazovaly velmi nízké odchylky, které mohly být způsobeny mechanickým opotřebením vzorku. Vzorky s PANI/MMT vrstvou jsou velmi nepropustné.

Jedinou výjimkou byly vzorky, které byly měřeny při zahřívání na 55 °C. Některým vzorkům z této skupiny se zvýšila propustnost o 10 %. U daných vzorků se zvýšenou propustností může být příčinou tloušťka vrstvy PANI/MMT.

Výsledky měření

2.2.3 Měření odraženého výkonu od PANI/MMT nanokompozitu

Cílem měření odraženého výkonu bylo změřit hodnotu výkonu laserového paprsku po odrazu od PANI/MMT nanokompozitu. Měření se provádělo na již sestrojeném automatizovaném experimentálním měřicím pracovišti. Sestrojené pracoviště odpovídá práci Ing. Štefana Čambory a je vidět na obrázku 2.22.[24]



Obrázek 2.22: Schéma zapojení pro měření odrazivosti [24]

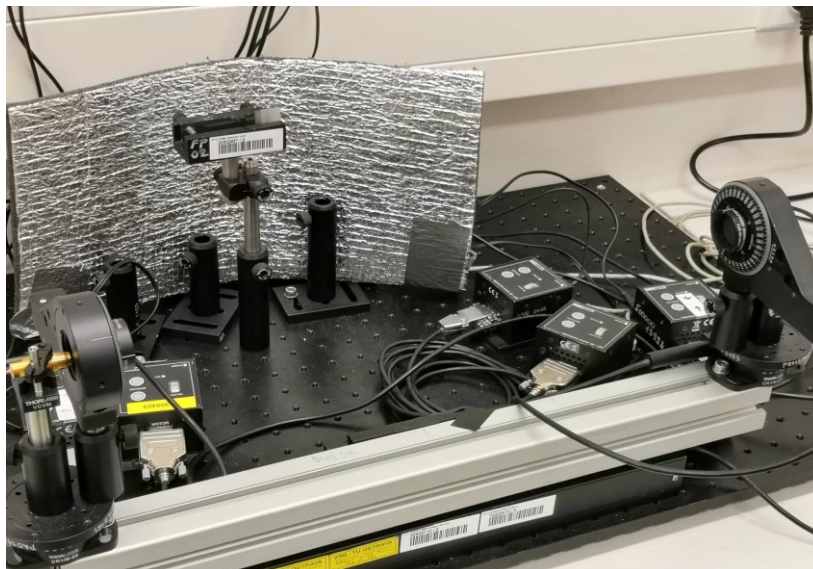
Měření začínalo připevněním laseru a detektoru výkonu na rotační podstavu. Laser se připojil ke zdroji a nastavily se hodnoty napětí 4 V a proudu 0,75 mA. Změřený výkon laseru byl 3 mW. Potom se připevnil na otočnou podstavu před laser i před detektor lineární polarizátor. Konstrukce laseru i konstrukce polarizátoru se připevnilly na lineární posuv. Ve vzdálenosti 240 mm byl umístěn držák na vzorek (Obrázek 2.24). Dále se spustil vytvořený program pro měření odrazivosti. Po objevení úvodní obrazovky se nejprve musely přiřadit správná čísla motorků k jednotlivým posuvům, dále se zvolil krok, po kterém se bude celá konstrukce posouvat, abychom proměřili celou jednu řadu vzorku, jak je vidět na obrázku 2.23 (zvolená délka kroku laseru byly 3 mm).



Obrázek 2.23: Znázornění pohybu při měření odrazivosti

Výsledky měření

Následně se muselo ještě zvolit, o kolik stupňů se bude polarizátor otáčet. Potom už se pouze vybral v kolonce Power meter používaný detektor výkonu PM100USB a mohl se spustit program. Nejprve se musely v programu načíst všechny připojené motorky pro ovládání celého pracoviště. Následovalo natočení podstav na určitý úhel (v našem případě $48,5^\circ$) pod kterým se laserový paprsek od upevněného vzorku odrazil do detektoru výkonu. Měřič výkonu snímal dopadající výkon a běžící program zároveň zapisoval nejvyšší hodnotu výkonu i s úhlem natočení polarizátoru do souboru.



Obrázek 2.24: Pracoviště pro měření odrazivosti

Komponenty pro měření odrazivosti:

Lineární posuv:

- Výrobce: Thorlabs
- Model: NRT 150 Enc Stage 150 mm
- Typ: lineární pohon o délce 150 mm
- Ovladač krokových motorů (číslo: 80820460)

Rotační servomotor pro zdroj a detektor:

- Výrobce: Thorlabs
- Model: CR1-Z6, CR1-Z7
- Typ: rotační pohon v rozsahu 360°
- Ovladač krokových motorů (číslo pro laser: 83820778, číslo pro detektor: 83829527)

Rotační servomotor pro polarizační filtr na zdroji a detektoru:

- Výrobce: Thorlabs
- Model: PRM1-Z8
- Typ: rotační pohon v rozsahu 360°
- Ovladač krokových motorů (číslo pro laser: 83810750, číslo pro detektor: 83820861)

Výsledky měření

Zdroj laserového světla:

- Typ: Laserová dioda s optikou
- Vlnová délka: 650 nm
- Typ paprsku: kulatý 4 mm
- Výkon: 4 mW
- Napětí: 3 DCV
- Proud: 35 mA

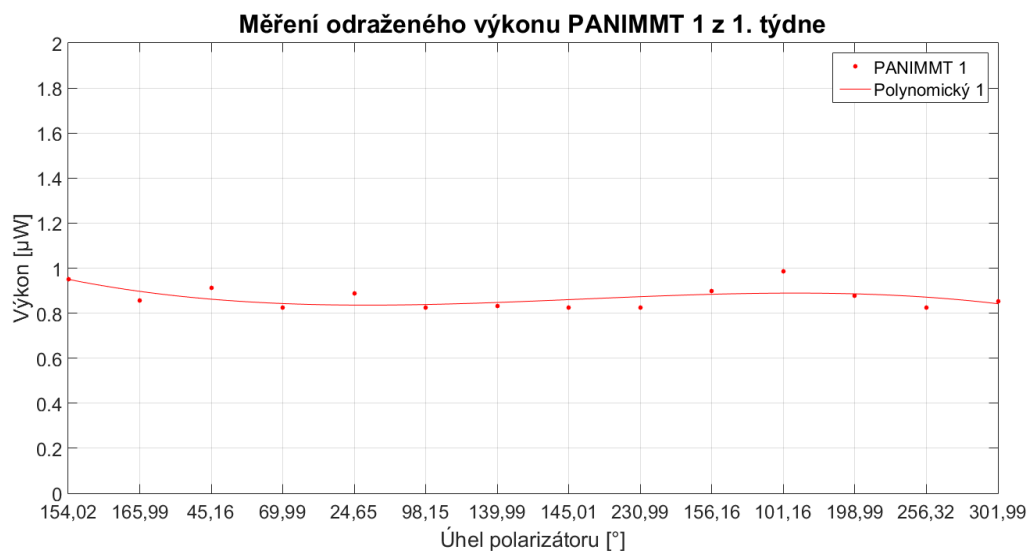
Detektor pro měření výkonu:

- Výrobce: Thorlabs
- Snímač: S120VC
- Šířka pásma: 200–1100 nm
- Maximální snímaný výkon: 50 mW
- Řídící jednotka: PM100USB
- Připojení k PC: USB

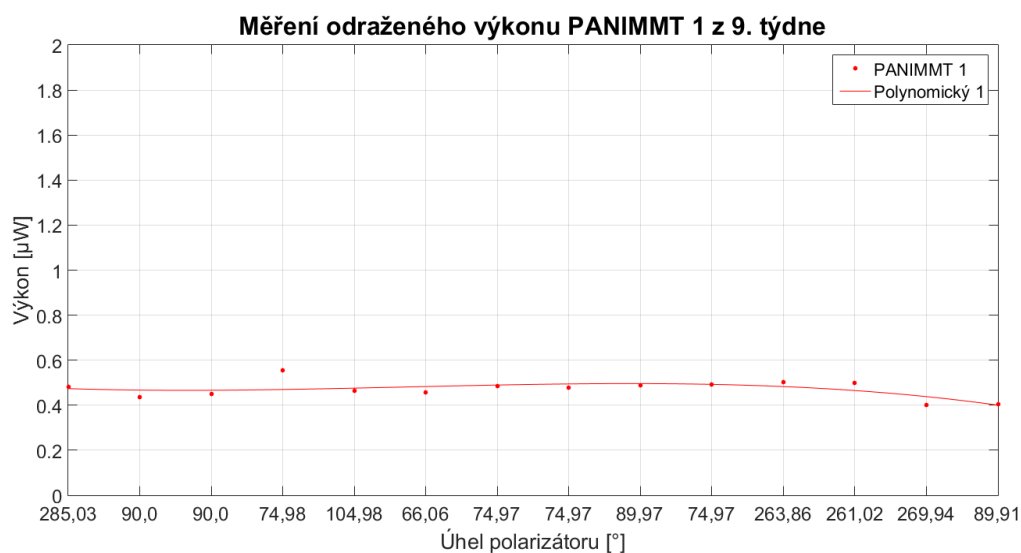
Výsledky měření

2.2.3.1 Výsledky měření odraženého výkonu vzorku z 1. skupiny

Naměřená data prvního vzorku PANI/MMT 1 byla zpracována do grafů, které ukazují odražený optický výkon měřeného vzorku v prvním (Obrázek 2.25) a posledním (Obrázek 2.26) týdnu v závislosti na úhlu natočení polarizátoru. Pro vykreslení grafu byla zvolena polynomická regresní křivka polynomu třetího řádu.



Obrázek 2.25: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 1 měřený 5.2.2019



Obrázek 2.26: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 1 měřený 3.4.2019

Výsledky měření

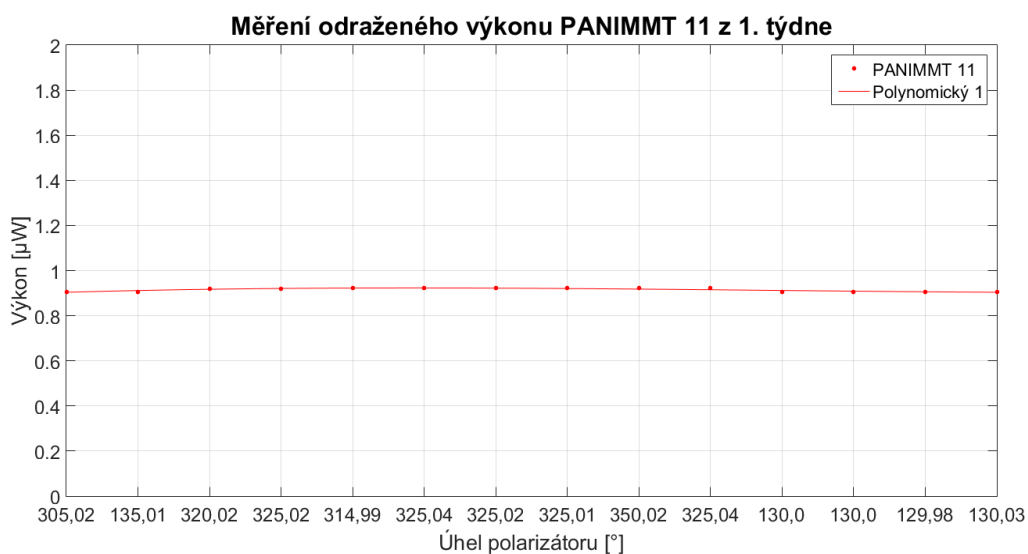
Vzorek	Funkce polynomicke regrese	Hodnota spolehlivosti R^2
PANI/MMT 1 – 5.2.2019	$y = -0.0004984x^3 + 0.01222x^2 - 0.08646x + 1.025$	0.3386
PANI/MMT 1 – 3.4.2019	$y = -0.0002499x^3 + 0.004309x^2 - 0.01756x + 0.4872$	0.4037

Tabulka 2.7: Tabulka polynomicke regresní rovnice pro grafy 2.25 a 2.26

Z grafů je vidět, že odražený výkon za dobu devíti týdnů klesl přibližně o polovinu u měřeného vzorku. U ostatních vzorků odražený výkon klesl také na poloviční hodnoty.

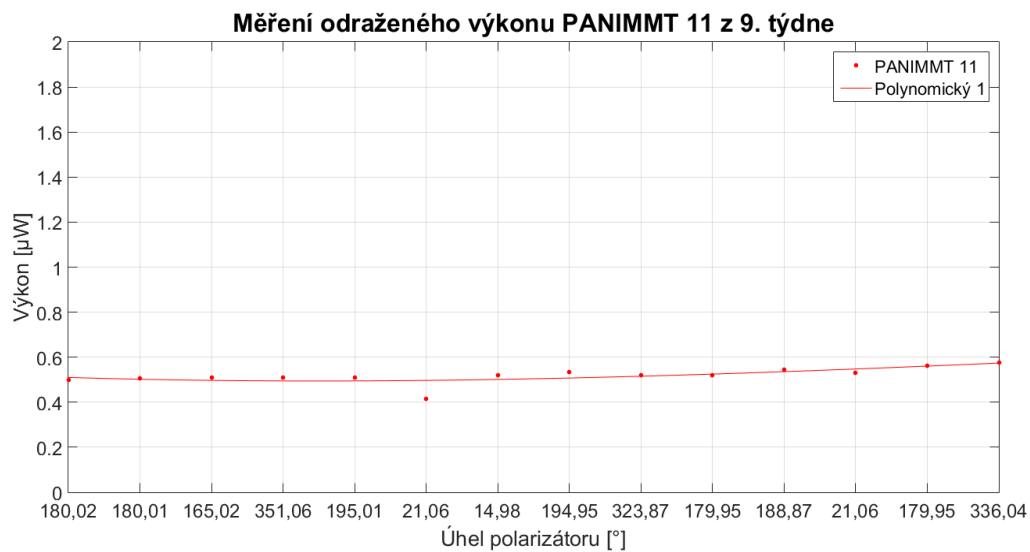
2.2.3.2 Výsledky měření odraženého výkonu vzorku z 2. skupiny

Měření druhé skupiny vzorků se nijak nelišilo od měření vzorků první skupiny, protože všechny vzorky se měřily při laboratorní teplotě. Jedinou změnou oproti první skupině bylo, že tyto vzorky byly v jiných měřeních vystaveny zahřívání na 55 °C. Pro porovnání jsou zvoleny grafy z prvního (Obrázek 2.27) a devátého (Obrázek 2.28) týdne pro vzorek PANI/MMT 11.



Obrázek 2.27: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 11 měřený 6.2.2019

Výsledky měření



Obrázek 2.28: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 11 měřený 3.4.2019

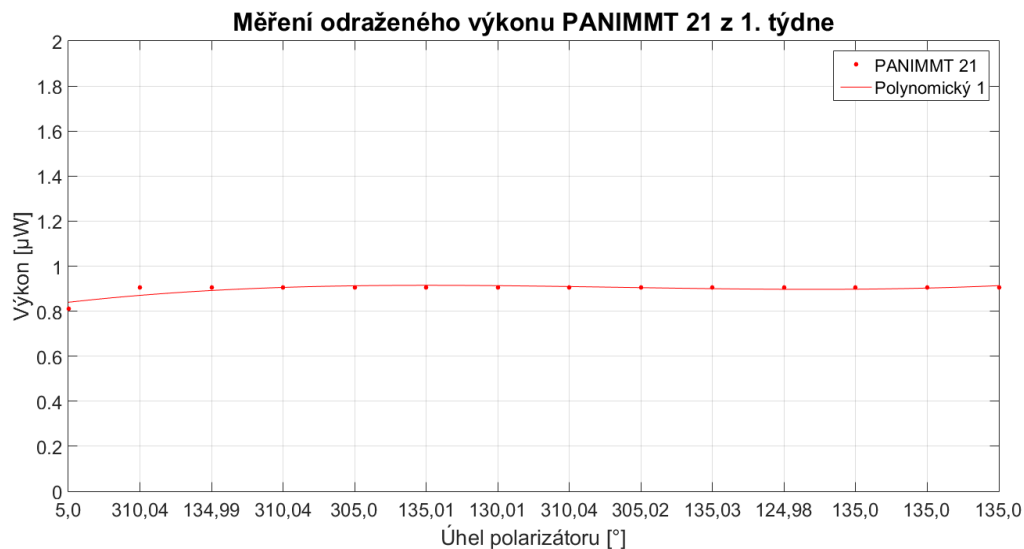
Vzorek	Funkce polynomicke regrese	Hodnota spolehlivosti R^2
PANI/MMT 11 – 6.2.2019	$y = (4.236e^{-5})x^3 - 0.001369x^2 + 0.01161x + 0.8936$	0.8099
PANI/MMT 11 – 3.4.2019	$y = (-3.219e^{-5})x^3 - 0.001619x^2 - 0.01258x + 0.521$	0.4898

Tabulka 2.8: Tabulka polynomicke regresní rovnice pro grafy 2.27 a 2.28

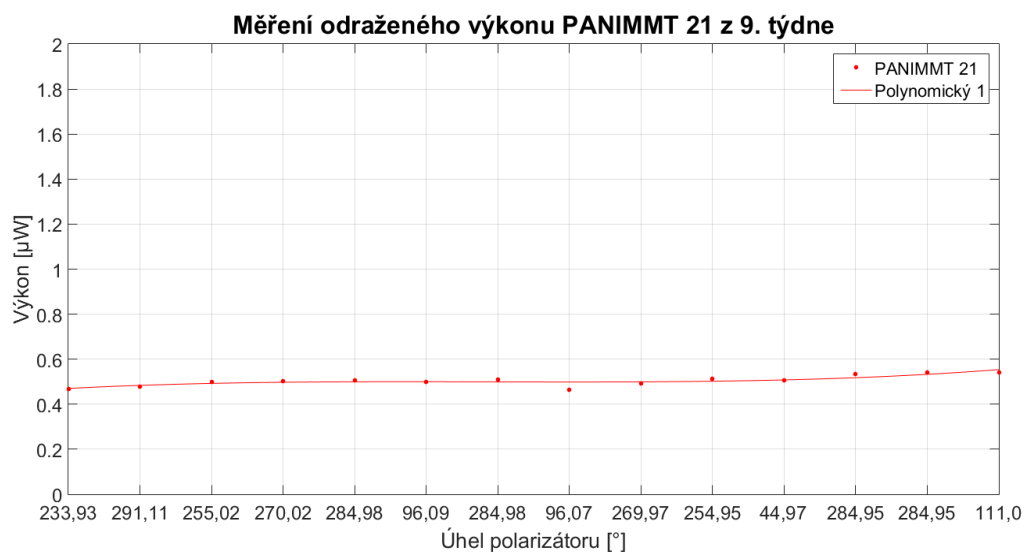
Výsledky měření

2.2.3.3 Výsledky měření odraženého výkonu vzorku z 3. skupiny

Třetí skupina vzorků byla vystavována chlazení také při jiných měření. Při tomto měření byly vzorky měřeny při laboratorní teplotě. Zvoleny byly grafy z prvního (Obrázek 2.29) a devátého (Obrázek 2.30) týdne pro vzorek PANI/MMT 21.



Obrázek 2.29: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 21 měřený 7.2.2019



Obrázek 2.30: Graf odraženého výkonu PANI/MMT 21 měřený 3.4.2019

Výsledky měření

Vzorek	Funkce polynomicke regrese	Hodnota spolehlivosti R^2
PANI/MMT 21 – 7.2.2019	$y = 0.0002291x^3 - 0.005985x^2 + 0.04712x + 0.7981$	0.6765
PANI/MMT 21 – 3.4.2019	$y = 0.0001646x^3 - 0.003398x^2 + 0.02266x + 0.4507$	0.7326

Tabulka 2.9: Tabulka polynomicke regresní rovnice pro grafy 2.29 a 2.30

2.2.3.4 Závěr měření

Při dlouhodobém měření optického výkonu odraženého od PANI/MMT vzorku se hodnoty pohybovaly v rozmezí několika setin μW až po 1 μW . Každý vzorek vykazoval různé hodnoty pro odražený výkon v různém týdnu. Důvodem mohlo být ovlivnění osvětlením laboratoře a těžkým zaměřováním odrazu laserového paprsku do měřiče výkonu.

Vzorky při měření nebyly vystaveny teplotním zátěžím a žádný vzorek nevykazoval žádné větší odchylky.

Závěr

Cílem bakalářské práce bylo měřit optické a elektrické vlastnosti nanokompozitu PANI/MMT s co nejkratší prodlevou po jejich přípravě. Měření vlastností probíhá dlouhodobě a bude pokračovat. Měření bylo zahájeno krátce po přípravě vzorků. V práci jsou diskutována naměřená data získaná z období dvou měsíců po jejich přípravě.

Pro měření byla využita již sestavená pracoviště, která byla pouze znovu zprovozněna. Bylo potřeba vyměnit oba Peltierovy články na zařízení pro simulaci tepelné zátěže z důvodu poškození při měření z minulých diplomových prací. Pro další měření by bylo vhodné zajistit výkonnější Peltierovy články, než se podařilo sehnat, aby se mohlo při chlazení dosáhnout nižší hodnoty než $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Při měření teplotní zátěže vzorků by bylo dobré zautomatizovat zdroj napětí tak, aby se nastavila požadovaná teplota a zdroj by pomalu přidával napětí, dokud by se na požadovanou teplotu nedostal. Díky propojení s teploměrem by potom mohl teplotu udržovat. Dále by bylo dobré vyměnit některé posuvy za nové, protože už byly opravovány a nemusely by v budoucnu fungovat.

Hodnoty naměřeného elektrického odporu se pohybovaly v řádu jednotek $\text{k}\Omega$. U všech měřených vzorků docházelo k nárůstu hodnot elektrického odporu na dvojnásobek až čtyřnásobek úvodních naměřených hodnot. Při měření vzorků s tepelnou zátěží se neprojevila nějaká větší změna elektrického odporu. Metoda pro měření byla zvolena dvoubodová, ale daleko vhodnější by byla čtyřbodová nebo šestibodová, která byla k dispozici v podobě měřicí sondy, ale ta byla i po seřízení nefunkční a nevhodná pro další měření. Do budoucna by bylo dobré zprovoznit měřicí sondu nebo ji nahradit. Jako možná náhrada by mohla být kostka vytisknutá na 3D tiskárně s rozměry přímo pasujícími do měření komory. Měla by v sobě otvory pro měřicí sondy multimetru a na straně, která by se přikládala ke vzorku by byla elektrovodivá pryž, na kterou by se skrz kostku přikládaly měřicí sondy. Tím by se vyřešilo měření požadovaných pozic vždy ve stejném místě.

Hodnoty naměřené propustnosti vycházely v rozsahu 0–10 %, což značí, že nanokompozit PANI/MMT vykazuje malou optickou propustnost. Při zahřívání některých vzorků se propustnost zvýšila až o 10 %. Pro budoucí měření by chtělo lépe vymyslet uchycení optických vláken, aby byla, co nejblíže k měřenému vzorku. Taky by bylo dobré, aby byly po celou dobu uchyceny na pevných podstavcích, aby se neměnila jejich pozice před každým měřením. Pro případné další měření by bylo vhodné prozkoumat nanokompozit PANI/MMT v širším spektrálním rozsahu 479–577 nm.

Naměřené hodnoty odraženého výkonu se pohybovaly v rozsahu několika setin μW až po $1\text{ }\mu\text{W}$. Všechny vzorky byly měřeny při laboratorní teplotě. Do budoucna nutno vymyslet, jak vzorky při měření chladit. Výsledná měření byla ovlivňována také vnitřním osvětlením laboratoře, proto by bylo dobré přesunout celé pracoviště do zatemněného boxu pro přesnější výsledky.

Výsledky ukazují, že nanokompozit PANI/MMT je stabilní, co se týče stárnutí v čase i teplotní zátěže. U optických vlastností se změny projevují úplně minimálně.

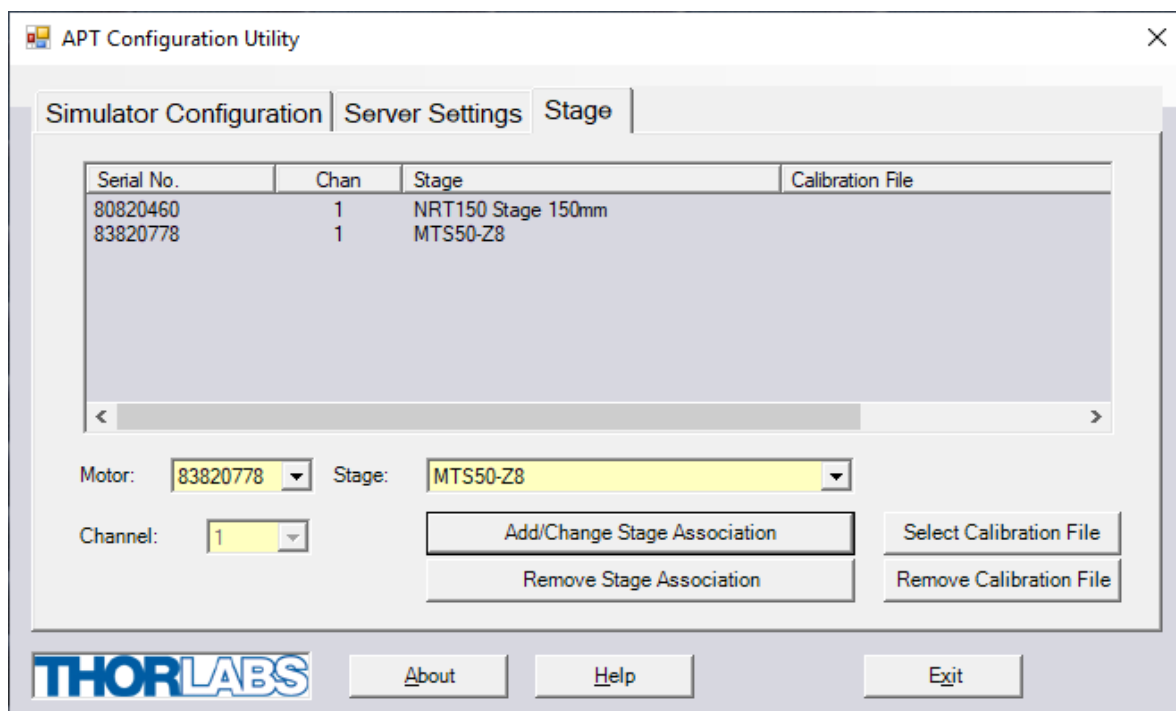
Použitá literatura

- [1] *Chemické výpočty: Molární hmotnost* [online]. [cit. 2019-04-26]. Dostupné z: <http://chemicke-vypocty.cz/Molarni-hmotnost.html>
- [2] BĚHÁLEK, Luboš. *Polymery* [online]. © Code Creator, s.r.o.; distribuce publi.cz, 2016 [cit. 2019-04-06]. ISBN 978-80-88058-68-7. Dostupné z: <https://publi.cz/books/180/Cover.html>
- [3] *Organická Chemie: Aromatické uhlovodíky* [online]. [cit. 2019-04-26]. Dostupné z: http://www.mojechemie.cz/Organická_Chemie:Aromatické_uhlovodíky
- [4] NEŠPŮREK, Stanislav, Jan PROKEŠ a Jaroslav STEJSKAL. Vodivé polymery: Inteligentní materiály pro nové století. *Vesmír* [online]. 2001, 5.1.2001, **80**(2001/1) [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: <https://vesmir.cz/cz/casopis/archiv-casopisu/2001/cislo-1/vodive-polymery.html>
- [5] Polyaniline. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Polyaniline>
- [6] Vodivý polymer. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Vodivý_polymer
- [7] JANOŮV, Pavel. *Elektrody elektrochromního prvku na bázi oxidů vanadu* [online]. Brno, 2009 [cit. 2019-04-08]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=18783. Bakalářská práce. Vysoké učení technické, fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií.
- [8] Montmorillonit. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Montmorillonit>
- [9] ČAPKOVÁ, Pavla. Jíly nejen v optoelektronice a farmacii: Jílové minerály ve vývoji nových materiálů. *Vesmír* [online]. 2000, **79**(2000/11) [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: <https://vesmir.cz/cz/casopis/archiv-casopisu/2000/cislo-11/jily-nejen-optoelektronice-farmacii.html>
- [10] BLAHA, Jan. *Organická barviva interkalovaná do montmorillonitu* [online]. Zlín, 2007 [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: https://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/3691/blaha_2007_dp.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Diplomová práce. Univerzita Tomáše Bati, fakulta technologická.
- [11] BARTÁK, Martin. *Vlastnosti, příprava a použití nanokompozitů termoplast-minerální plnivo* [online]. Zlín, 2006 [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: http://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/1335/bartak_2006_bp.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati.
- [12] *Thorlabs: About Us* [online]. [cit. 2019-04-26]. Dostupné z: https://www.thorlabs.com/about_us.cfm
- [13] *Product Catalog - Thorlabs* [online]. [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: <https://www.thorlabs.com/navigation.cfm>

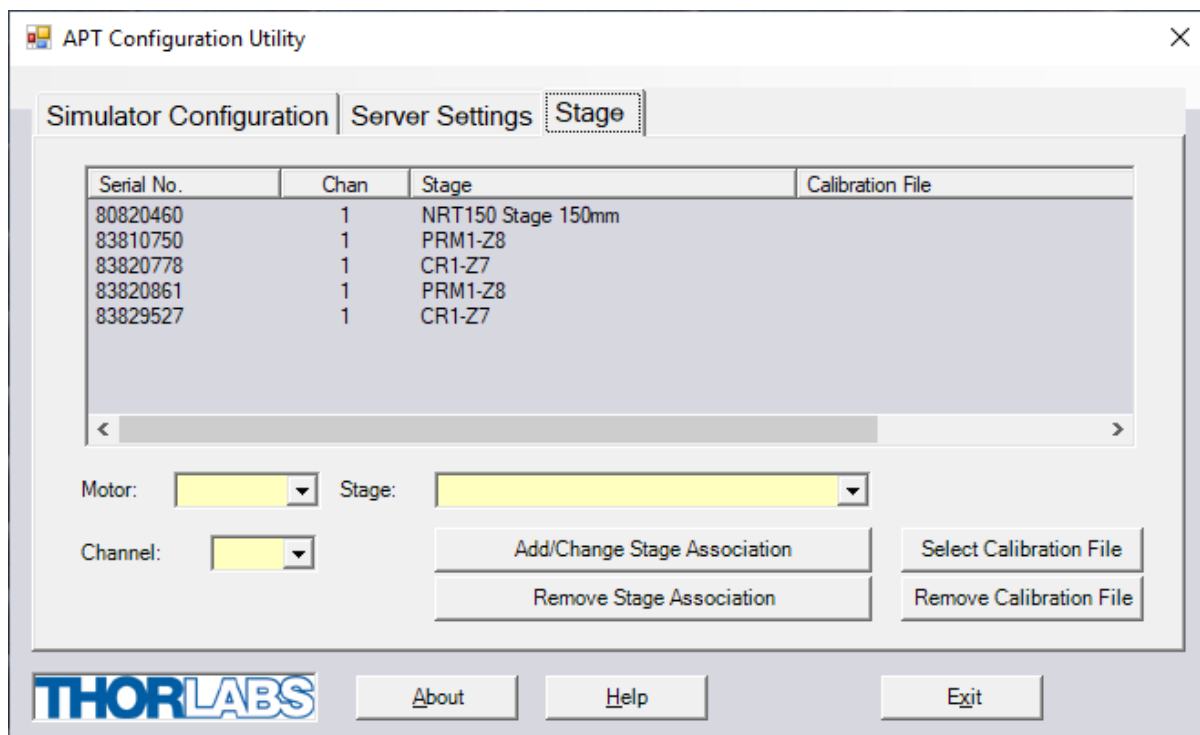
Použitá literatura

- [14] LabVIEW. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/LabVIEW>
- [15] BOŠTÍKOVÁ, Karolína. Částice montmorillonitu a jiných silikátových materiálů, jejich využití v oblasti polymerní chemie a farmakochemie [online]. Pardubice, 2018 [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: https://dk.upce.cz/bitstream/handle/10195/71535/BostikovaK_CasticeMontmorillonitu_AK_2018.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Bakalářská práce. Univerzita Pardubice, fakulta chemicko - technologická.
- [16] GOTTWALD, Tomáš. *Vodivé polymery a jejich využití v superkondenzátorech* [online]. Brno, 2010 [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=29430. Diplomová práce. Vysoké učení technické, fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií.
- [17] DOPITA, Václav. Měření vlastností nanokompozitů. Ostrava, 2018. Diplomová práce. Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Látal, Jan.
- [18] Optická propustnost. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Optická_propustnost#p-search
- [19] Odrazivost. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Odrazivost>
- [20] Peltierův článek. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Peltierův_článek
- [21] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. Encyklopedie fyziky: Peltierův jev. In: *Fyzika :: MEF* [online]. 2019 [cit. 2019-04-06]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main/article/view/911-peltieruv-jev>
- [22] KULHÁNKOVÁ, Lenka, Jonáš TOKARSKÝ, Vlastimil MATĚJKA, Pavlína PEIKERTOVÁ, Silvie VALLOVÁ, Kateřina MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ, Vítězslav STÝSKALA a Pavla ČECHOVÁ. Electrically conductive and optically transparent polyaniline/montmorillonite nanocomposite thin films. *Thin Solid Films*. 2014, 562, s. 319-325. DOI: 10.1016/j.tsf.2014.05.006. ISSN 0040-6090.
- [23] PALIČKA, Daniel. Měření optických vlastností polyanilových vzorků. Ostrava, 2018. Diplomová práce. Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Látal, Jan.
- [24] ČAMBORA, Štefan. Měření parametrů odrazivosti luminoforů. Ostrava, 2013. Bakalářská práce. Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Svatuška, Josef.

Přílohy

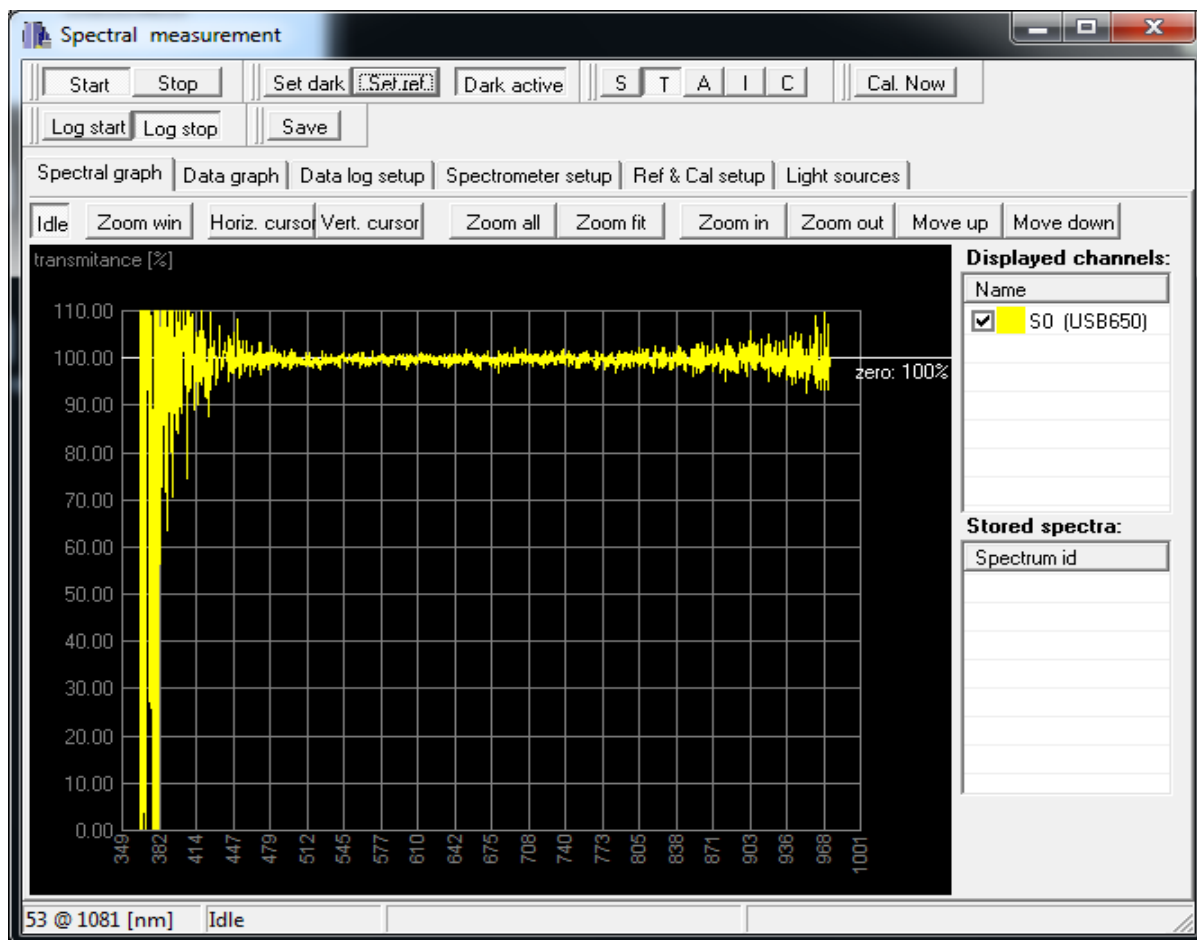


Obrázek A: APT Config nastavení motorků pro měření propustnosti



Obrázek B: APT Config nastavení motorků pro měření odraženého výkonu

Přílohy



Obrázek C: Transmittanční spektrum širokospektrálního zdroje bílého světla bez vzorku



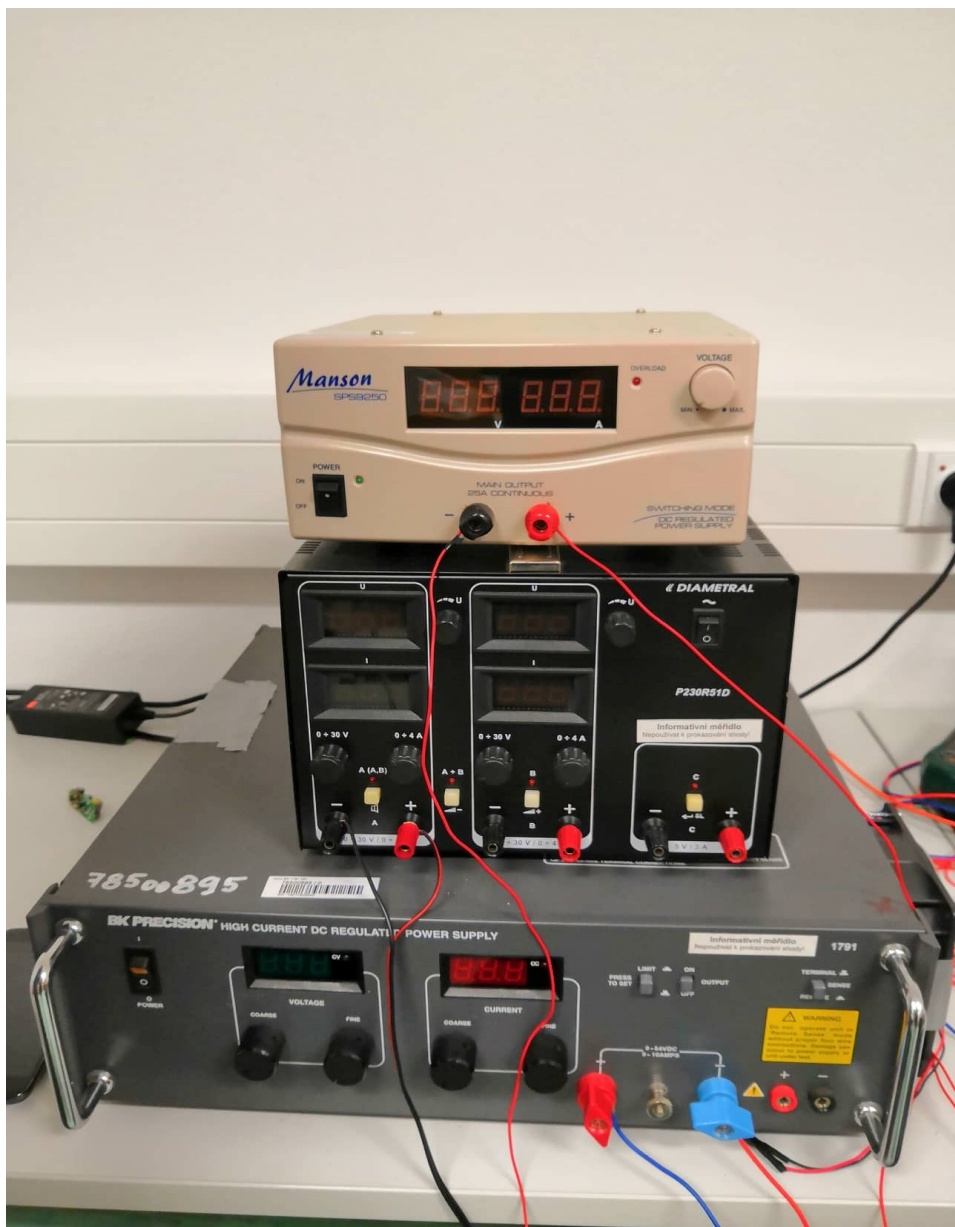
Obrázek D: Měřicí přístroj pro měření odraženého výkonu



Obrázek E: Měřicí přístroj pro měření propustnosti



Obrázek F: Širokospektrální zdroj bílého světla



Obrázek G: Zapojení zdrojů

Součástí BP/DP je USB.

Struktura přiloženého USB:

BP-TOM0320.pdf

LabVIEW

Matlab

Obrázky

PANIMMT naměřená data

Zpracování naměřených dat a grafy